

No. 13-138093-00000-0000

Fecha: 2013-06-07 11:00:24

Dep. 2020 DIR.NUEVASCR

Tra. 2 PATENTES

Eve: 1 REGDEPOSITO

Act. 411 PRESENTACION

Folios: 31

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

DELEGATURA DE PROPIEDAD INDUSTRIAL

División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

21. EXPEDIENTE No. 13-13809354. TÍTULO RECUBRIMIENTO BIOCOMPATIBLE TIPO
MULTICAPA- PELÍCULA DELGADA COMO TRATAMIENTO
SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS Y PROCESO DE
FABRICACIÓN DEL MISMO

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL _____

71. SOLICITANTE UNIVERSIDAD DEL VALLEDOMICILIO CAVE 13 No 100-00 cali74. APODERADO Felipe Eduardo Figueroa Cordoba22. BOGOTÁ, D.C., 07/06/2013

10	DECLARACIÓN SOBRE USO DE RECURSOS GENÉTICOS O BIOLÓGICOS		
<i>Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de recursos genéticos o biológicos de los que cualquiera de los países miembros de la Comunidad Andina es país de origen.</i>			
☐ SI ☒ NO			
Nota: En caso afirmativo deberá anexar copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, o certificado o numero de registro, expedido por la Autoridad competente.			
11	DECLARACIÓN SOBRE USO DE CONOCIMIENTOS TRADICIONALES		
<i>Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de conocimientos tradicionales de comunidades indígenas, afroamericanas o locales de países miembros de la Comunidad Andina.</i>			
☐ SI ☒ NO			
Nota: En caso afirmativo deberá anexar la licencia o autorización de uso de conocimiento tradicional, o certificado o numero de registro.			
12	REDUCCIÓN DE TASAS		
<i>Declaro que carezco de medios económicos para presentar la solicitud de patente.</i>			
☐ SI ☒ NO			
Nota: En caso de ser persona natural y carecer de medios económicos, y por lo tanto, aplique la reducción de tasas a que se refiere la resolución vigente en tarifas, debe firmar la presente solicitud bajo la gravedad de juramento.			
Micro, pequeñas y medianas empresas ☐			
Universidades públicas o privadas ☒			
Entidades sin ánimo de lucro ☐			
Debe aportar los documentos que se indican en el numeral 17 de anexos			
13	AUTORIZACIÓN DE NOTIFICACIÓN EN LÍNEA ☒ SI ☐ NO		
Manifiesto que he leído y entendido perfectamente los términos y condiciones de uso de medios electrónicos para las notificaciones en línea a través de Internet de los actos administrativos proferidos por la Superintendencia de Industria y Comercio que deben ser notificados personalmente y, en consecuencia, autorizo el servicio de notificación a través de internet.			
14	PARA PUBLICAR A PARTIR DE LA FECHA DE PRESENTACIÓN O DE LA PRIORIDAD INVOCADA:		15 COMPROBANTE DE PAGO O PAGO ELECTRÓNICO
☐ 6 meses ☐ 12 meses ☐ 18 meses		☐ 6 meses ☐ 12 meses	N° 13-0054548
X Otro Cual: INMEDIATO		☐ Otro Cual:	Fecha 06/06/2013
16	FIRMA DEL SOLICITANTE, DEL APODERADO O DEL REPRESENTANTE LEGAL <i>Junto a cada firma, indicar el nombre del firmante y su calidad (si tal calidad no es obvia al leer el petitorio)</i>		
FELIPE EDUARDO FIGUEROA CARDOZO C.C. 16940582 T.P. 140.243 C.S de la J.			
17	ANEXOS		
Documentación Técnica 1. ☐ Descripción N° de folios: 2. ☐ Reivindicaciones N° Reivindicaciones: 3. ☐ Dibujos y/o figuras N° folios: 4. ☐ Resumen. 5. ☐ Documento de Prioridad. 6. ☐ Traducción del documento de prioridad. 7. ☐ Certificado de depósito de material biológico si fuera el caso. 8. ☐ Listado de secuencias de nucleótidos y/o aminoácidos en forma digital si fuera el caso. 9. ☐ Arte final 12 x 12. 10. ☐ Anexo formato digital.		Documentación Jurídica 11. ☒ Poderes, si fuera el caso. 12. ☒ Documento que legalmente pruebe la cesión del inventor al solicitante o a su causante. 13. ☐ Copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, o certificado o numero de registro, si fuera el caso. 14. ☐ Copia de la licencia o autorización de conocimientos tradicionales, o certificado o numero de registro, si fuera el caso. 15. Reducción de tasas Micro, pequeñas o medianas empresas ☐ Copia simple de la declaración de renta del año inmediatamente anterior, o en su defecto prueba documental idónea. ☐ Documento de constancia de cumplimiento con lo establecido en la ley 905 de 2004. Universidades públicas o privadas ☒ Copia acto de reconocimiento institucional emitido por el Ministerio de Educación Entidades sin ánimo de lucro ☐ Copia de registro vigente en Cámara de comercio. ☐ Hoja de información complementaria. ☐ Otros, especificar 16. ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud. 17. ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad. 18. ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de	

**RECUBRIMIENTO BIOCOMPATIBLE TIPO MULTICAPA-PELÍCULA DELGADA
COMO TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS Y
PROCESO DE FABRICACIÓN DEL MISMO**

5 RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención divulga un proceso para la fabricación de un recubrimiento multicapa-película delgada empleado en el tratamiento de sustratos biomédicos y un recubrimiento en forma de multicapa-película delgada (S/TiN/Ti/TiZr) para el tratamiento de sustratos biomédicos empleados en implantes quirúrgicos.

10

15

20

RECUBRIMIENTO BIOCOMPATIBLE TIPO MULTICAPA-PELÍCULA DELGADA COMO TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS Y PROCESO DE FABRICACIÓN DEL MISMO

5 CAMPO DE LA INVENCION

La invención se relaciona con el campo de los biomateriales, específicamente revela un proceso para la fabricación de un recubrimiento multicapa-película delgada empleado en el tratamiento de sustratos biomédicos y un recubrimiento en forma de multicapa-película delgada (S/TiN/Ti/TiZr) para el tratamiento de sustratos biomédicos empleados en implantes quirúrgicos.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

El campo de los biomateriales se ha convertido en un área de vital importancia, debido a que estos materiales incrementan la calidad y la longevidad de la vida humana y la ciencia y tecnología asociada con este campo ha llevado a la generación de un negocio de billones de dólares. Los biomateriales son polímeros, metales, cerámicos, materiales inorgánicos y macromoléculas naturales (biopolímeros) y sintéticas, los cuales están manufacturados o procesados para ser usados dentro o como dispositivos médicos o prótesis. Estos materiales típicamente están en contacto con células, proteínas, tejidos, órganos y sistemas orgánicos. La forma del material y como este interactúa con el medio (en contacto sanguíneo por ejemplo) y su tiempo de uso determinará las propiedades requeridas, adecuadas para una aplicación específica.

Un biomaterial debe poseer como propiedades fundamentales: a) buenas propiedades mecánicas como dureza, resistencia a la tensión, módulos y elongación, a partir los cuales se establece su aplicación específica; b) biocompatible, es decir, baja toxicidad y que no genere reacciones inflamatorias o alérgicas en hospedero, por tanto los dos factores relevantes que influyen la biocompatibilidad de un material son la respuesta del huésped y la degradación del material en ambientes corporales; c) alta resistencia a la corrosión y el desgaste entendido como un bajo desgaste y resistencia a la corrosión de los implantes en fluidos corporales, ya que el desgaste resulte en la liberación de iones metálicos no compatibles, los cuales causan reacciones alérgicas y tóxicas en el hospedero; d) oseointegración, es decir, la inhabilidad de una superficie en un implante de integrarse con el hueso adyacente y otros tejidos debido a micro-movimientos, los cuales resultan en pérdida del implante. Por tanto, materiales con una superficie apta son esenciales en el proceso de integración de un implante con el hueso o el tejido circundante. La química superficial, rugosidad y topografía poseen un papel dominante en el desarrollo de una buena oseointegración.

Los materiales actualmente usados para implantes quirúrgicos incluyen el acero inoxidable 316L (316L SS), aleaciones de cobalto-cromo (Co-Cr) y aleaciones de titanio (Ti). Elementos como níquel (Ni), cromo (Cr) y Co pueden ser liberados del acero y de las aleaciones Co-Cr, debido a corrosión en el ambiente corporal. Los efectos tóxicos de metales (Ni, Cr, Co) liberados de implantes de prótesis han sido estudiados y se han reportado dermatitis debido a la toxicidad del elemento Ni y numerosos estudios "in-vivo" en animales han mostrado carcinogenicidad debido a la presencia del Co. Estos materiales (316L SS y las aleaciones Co-Cr) poseen un modulo de elasticidad mayor que el del hueso (30-40 Gpa) lo cual causa insuficiente capacidad de transferir esfuerzos, resultando en resorción ósea y debilitamiento del implante después de algunos años de implantación. Comercialmente el Ti puro y la aleación Ti-6Al-4V ELI (Ti64- Extra Low Interstitial) son los materiales más comúnmente utilizados para aplicaciones en implantes con bajos valores de modulo de elasticidad que varían de 110 a 55 Gpa comparados con el 316L SS (210GPa) y aleaciones Co-Cr (240GPa). Aunque el titanio y sus aleaciones, especialmente Ti64 tienen una excelente resistencia a la corrosión y son biocompatibles, su desempeño a largo tiempo ha creado preocupaciones debido a la liberación de iones de Al y vanadio (V), los cuales han sido asociados a problemas de salud como la enfermedad de Alzheimer, neuropatía y enfermedades óseas como la osteomalacia. Además el V es tóxico en su forma elemental y de óxido (V_2O_5), el cual está presente en la superficie. El titanio tiene baja resistencia al corte, lo cual lo hace menos aplicable a la fabricación de tornillos para huesos, platinas para unión de huesos y aplicaciones similares. Finalmente el titanio y sus aleaciones tienen un desgaste severo cuando está en contacto con otros metales, además de tener alto coeficiente de fricción, lo cual tiende a la formación de partículas de desgaste (debris), resultando en reacciones inflamatorias causando dolor y ablandamiento de implantes debido a osteólisis. Debido a las limitaciones mencionadas anteriormente, el periodo de servicio de los implantes fabricados con estos materiales está restringido a 10-15 años. Esto ha estimulado la investigación en el desarrollo de nuevos materiales y procesos para la modificación de estas superficies.

Para la modificación superficial de un sustrato de aplicación biomédica, se deben tener en cuenta las propiedades físicas del material base, para que el proceso PVD – Sputtering sea altamente reproducible, de tal forma que la propiedades superficiales del recubrimiento protector sean las deseables para la aplicación biológica requerida. Propiedades como: rugosidad, fricción, desgaste, dureza, modulo de elasticidad, inercia química, resistencia corrosión y biocompatibilidad, son esenciales a la hora de generar capas delgadas de nitruros, carburos y óxidos, como sistemas protectores de sustratos biocompatibles.

Teniendo en cuenta estos hechos, existe una gran gama de materiales que cumplen esta función, ya sea por sus propiedades tribológicas o mecánicas, de tal forma que integralmente se muestre respuesta positiva entre material a implantar y el tejido que lo aloja. Un ejemplo de esto, son los catéteres urinarios, los cuales, con el tejido, forman bio-recubrimientos tipo incrustaciones donde existe alta proliferación bacteriana, generando complicaciones fisiológicas, esto puede ser evitado, como muestran investigaciones hechas por N. Laube, utilizando un tratamiento superficial con Carbono Tipo Diamante (DLC) [1,2]. No solo los catéteres urinarios cuentan con esta clase de problemática, dispositivos como, válvulas cardíacas, stents coronarios y tubos capilares, pueden generar hemostasia, producida por contacto directo entre el biomaterial y flujo sanguíneo, donde se da absorción de proteínas, conllevando a la adhesión y activación de plaquetas [3]; la sangre que fluye, produce un efecto de cizalla en la superficie del biomaterial, afectando el sistema tejido-recubrimiento; estos son algunos ejemplos donde la modificación superficial, ya sea por disminución del coeficiente de fricción, rugosidad superficial o inercia química, puede solucionar inconvenientes.

Estudios realizados por E. de las Heras y F. Walthera [4], muestran que se debe escoger adecuadamente el tipo de tratamiento superficial; uno de los tratamientos más utilizados actualmente es el procedimiento de nitruración; nitrurar el acero 316L por técnicas asistidas por plasma, el cual genera un aumento en la dureza superficial, acompañado con la disminución de propiedades anticorrosivas; ya que en el proceso de protección por nitruración, se generan fases austeníticas extendidas acompañada de los nitruros Cr_2N y Fe_4N [5] correspondiente a un arreglo triclinico especial [6]. Para evitar estos efectos biológicos nocivos, se emplean materiales metálicos y cerámicos, que pueden ser utilizados como tratamiento superficial para mejorar las propiedades mecánicas, tribológicas, anticorrosivas y biológicas; dentro de los materiales metálicos se encuentran el Ti y circonio (Zr); y cerámicos como los nitruros de algunos metales de transición (TiN, ZrN), carburos (TiC, SiC), óxidos como el TiO_2 , Al_2O_3 y ZrO_2 y carbono tipo diamante (DLC); estos materiales sintetizados se emplean como tratamiento superficial utilizando la técnica PVD-Sputtering [7, 8, 9, 10], y normalmente presentan un espesor del orden de uno a dos micrómetros. Las multicapas han sido usadas con grandes resultados desde la época de los 70, logrando mejores propiedades respecto a las monocapas; la estructura de multicapa actúa como un inhibidor al resquebrajamiento y en consecuencia se incrementa la resistencia a la fractura del recubrimiento; las multicapas usan normalmente compuestos binarios, por ejemplo, TiN/TiC, TiN/ZrN y algunos han usado sus materiales genéricos como: WWC, Ti/TiN, c-BN/TiN [11, 12, 13, 14]. Los recubrimientos de multicapas también poseen alta dureza y una excelente resistencia a la corrosión.

Cuando se pretende implantar un biomaterial inorgánico, este tiene reflejo en la acción celular, las cuales reconocen señales ambientales que alteran su fenotipo. Las propiedades específicas que estimulan la acción de la célula sobre la superficie, tiene lugar a cuatro tipos de interacción superficie – tejido:

5

- Topografía: implica directamente la adherencia celular y molecular sobre la superficie; rugosidad superficial, variable a discernir a la hora de estudiar la fijación de células.
- 10 • Energía superficial: se ha demostrado, que la orientación cristalográfica preferencial del recubrimiento protector también juega un papel preponderante en la actividad celular en cuanto a su organización y fijación; estos hechos han sido reportados por Chiung-Fang Huang y Faghihi para células osteoblásticas en aleaciones de Ti6Al4N, en las direcciones (100) y (110), lo que refleja cambios positivos en la biocompatibilidad [15, 16].
- 15 • Autodifusión de cationes metálicos: sistema de corrosión, por alta porosidad y generación de problemas de desgaste mecánico produciendo partículas. Muchos metales en estado puro, generan problemas de biocompatibilidad, por ejemplo: Ni (carcinogénico), 316L (liberación de Fe), Co, Cu y V (altamente tóxicos) [17, 18], por tanto necesitan tratamientos superficiales, o pasivantes, de tal forma que se regule el problema de anti
- 20 biocompatibilidad, teniendo en cuenta, que dichos tratamientos producen materiales biocompatibles a corto plazo de implante. Por citar algunos: TiAlV, Co –Cr- Mo y Ti-Ni.
- Problemas tribológicos: Los iones metálicos y los grupos atómicos o
- 25 partículas generadas por los procesos de desgaste, causan efectos adversos, lo que estimula los macrófagos y linfocitos T, que conduce a la producción de citoquinas [19] causante de inflamación aguda, o crónica si el agente lesionante persiste [20].

A partir de lo anteriormente mencionado, se han establecido dos problemas

30 alrededor de la inclusión de capas delgadas como tratamiento superficial: adherencia y porosidad. Recubrimientos como el Ti y Zr, hacen parte de los metales llamados de transición [21, 22], los cuales por pulverización catódica reactiva (Sputtering) a través de gas reactivo nitrógeno, forman ZrN y TiN que poseen características fisicoquímicas similares, lo que los hace candidatos como

35 material biocompatible. Muchos son los estudios de modificación superficial a base de estos nitruros, por ejemplo, Hontsu y colaboradores [23] demostraron la pertinencia de generar un tratamiento superficial de TiN a sustratos de acero AISI 317L y doparlo con partículas de plata (Ag) provocando un tratamiento superficial antibacteriano.

Uno de los problemas que presenta el acero inoxidable 317L es que no cumple funciones antibacterianas, pero el doparlo con Ag implica disminución en las propiedades anticorrosivas; el aplicar revestimientos de TiN, hace que exista sinergismo con iones de Ag [23]. Existen otros recubrimientos tipo capa delgada, en forma de ternarios como el TiAlN (nitruro de titanio aluminio) o multicapas de TiN/TiAlN, que también hacen parte de los posibles tratamientos superficiales de sustratos biocompatibles. El profesor Braic del Institute for Chemical-Pharmaceutical Research and Development de Rumania [24], investiga la corrosión y biocompatibilidad de monocapas de TiN y TiAlN, además de recubrimientos en multicapas de (TiN/TiAlN) $_n$, con n número de bicapas, todas utilizando técnicas PVD arco continuo, comparando los niveles de corrosión respecto a una aleación altamente utilizada en la actualidad para implantes de cadera, Co-Cr-Mo. En cuanto a sus resultados de biocompatibilidad, la mejor viabilidad se encontró para los recubrimientos TiAlN, seguido por (TiN/TiAlN) $_{720}$ y TiN. Como resultado de las pruebas biológicas, se concluye que todos los recubrimientos investigados mostraron una buena biocompatibilidad, sin ningún signo de citotoxicidad [24]. Uno de los tratamientos superficiales utilizados con más frecuencia, son capas manométricas de DLC o carbón amorfo (a-C); químicamente, cuando los átomos no se encuentran en su fase grafitica o tipo diamante, su forma de enlace es de tipo sp^1 (dos electrones de valencia formando enlaces σ y los otros en orbitales p_y y p_z , formando enlaces π), sp^2 o sp^3 , el material obtenido tiene diferentes propiedades [25]. En estructuras DLC los enlaces son normalmente de tipo sp^2 y sp^3 , en distintas concentraciones posee una dureza del orden de los 30 GPa, es transparente y posee una alta resistencia al desgaste [26] lo que lo convierte en un material de altas prestaciones, además de ser biocompatible, al ser químicamente inerte. Otro recubrimiento en base al carbón, se trata del nitruro de carbono amorfo (a-CN $_x$), que es usado para herramientas de corte y maquinado y por su inercia biológica como biomaterial, además de poseer excelentes propiedades antidesgaste y bajo coeficiente de fricción. Este material, normalmente es sintetizado por PVD Sputtering - RF, por métodos reactivos, con gas CH $_4$, N $_2$ y argón [7].

En la literatura de patentes se encuentran divulgaciones para materiales empleados como recubrimiento en multicapas. Las anticipaciones más cercanas a la invención corresponden a algunos documentos divulgados en el estado del arte como la patente EP0366289 (MIDWEST RESEARCH TECHNOLOGIES) que enseña como modalidades de la invención múltiples capas alternantes de: (1) metal (Ti, Zr, Hf, Ta) y material cerámico (un nitruro de los metales), (2) metal (Al, Si, Ti, Cr, Mg, Fe, Zr, Mo, W, Ta) y material cerámico (un óxido de los metales), (3) metal (Ti, Zr, Hf, Fe o Ta) y material cerámico (un carburo de los metales), donde cada una de las capas presenta un espesor de 0.1 a 5 μm y el sustrato es un metal con un espesor de 2 μm .

La solicitud de patente WO2007136777 enseña un recubrimiento para un sustrato conductor de la electricidad conformado por una capa metálica (Ti, Cr, Va, Al, Mo, Nb, W, Hf, Zr o aleaciones de los mismos) seguida por una capa cerámica (nitruros, carburos, óxidos, oxcarburos, oxinitruros, boruros, carboboruros, borocarbonitruros, y combinaciones) y una matriz amorfa tipo diamante (C, Si, N, H, O o metales de transición) con un coeficiente de fricción menor a 0.3, donde la capa metálica y cerámica presentan un espesor de 0.01-30µm y la matriz amorfa un espesor entre 0.01 a 30µm.

La solicitud de patente WO2010086598 divulga un recubrimiento para un sustrato que comprende una capa de Ti, Cr o una aleación de los mismos, una capa metálica (NiTi, Ni, Ti, Cr, Al, Pt, Hf, Zr, Co, Cu o Y) y una capa cerámica (Al o Si o una combinación de nitruros, carburos, óxidos, o boruros de metales de los grupos 4, 5 o 6), que incluye al menos 4 capas de metal y material cerámico, donde el recubrimiento presenta un espesor entre 0.1 a 5µm.

La patente US4904542 enseña un recubrimiento tipo multicapa resistente al desgaste para un sustrato metálico que comprende una capa metálica (Ti, Hf, Zr, Ta), una capa cerámica (nitruro del metal) que incluye al menos 4 capas de metal y cerámica con un espesor entre 0.1 y 5µm preferiblemente una capa metálica de 2µm y la capa cerámica un espesor de 0.5µm. Asimismo, divulga una modalidad adicional que comprende una capa metálica (Al, Si, Ti, Cr, Mg, Fe, Zr, Mo, W, Ta) y un material cerámico seleccionado de un óxido de metal (Al, Si, Ti, Cr, Mg, Fe, Zr, Mo, W, Ta). Y en otra modalidad se especifica un recubrimiento multicapa que comprende una capa metálica (Ti, Hf, Zr, Fe, Ta) y una capa de material cerámico seleccionado de un carburo de metal (Ti, Hf, Zr, Fe, Ta).

A pesar de los diferentes materiales existentes en el estado de la técnica, existe la necesidad de un recubrimiento con propiedades mecánicas y biológicas mejoradas para sustratos utilizados en implantes quirúrgicos (316L SS, aleación Co-Cr, aleación de Ti- como Ti 64 y/o otros materiales). El recubrimiento de la invención soluciona las falencias de los materiales existentes, enseñando un recubrimiento en forma de multicapa-película delgada (S/TiN/Ti/TiZr) para sustratos empleados en materiales quirúrgicos que brinda resistencia a la corrosión y al desgaste de dicho material con baja genotoxicidad, citotoxicidad y sin efectos en la oseointegración.

35 OBJETOS DE LA INVENCION

En un primer aspecto, la invención proporciona un proceso para la fabricación de un recubrimiento multicapa-película delgada para el tratamiento de sustratos biomédicos.

En un segundo aspecto, la invención proporciona un recubrimiento en forma de multicapa-película delgada (S/TiN/Ti/TiZr) para el tratamiento de sustratos biomédicos.

5

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

En un primer aspecto, la invención revela un proceso para la fabricación de un recubrimiento multicapa-película delgada para el tratamiento de sustratos biomédicos utilizados en implantes quirúrgicos, tales como pero no limitado a
10 acero inoxidable 316L SS, aleación Co-Cr, aleación de Ti- como Ti 64 entre otros materiales, que comprende

- a) Pulir la superficie del sustrato hasta una granulometría entre 700 y 2500 para generar terminado superficial especular
- b) Lavar con acetona en ultrasonido durante un periodo entre 10 a 20 minutos
- 15 c) Sumergir el sustrato de la etapa b) en un reactor PVD – Magnetron Sputtering DC a una temperatura entre 20 a 25°C, vacío de 5.1×10^{-6} torr y humedad relativa 50 a 60%
- d) Depositar la capa de recubrimiento de TiN con un espesor entre 550 y 590nm a partir de un blanco precursor de Ti (99.99%) a una presión de 2 a
20 4 mtorr, flujo de Argón entre 8 y 12 sccm, flujo de nitrógeno entre 0.1 y 0.2 sccm, potencial del blanco precursor entre 80 y 120 W, voltaje de polarización de -50 a -120 V y distancia interelectródica entre 8 y 12 cm.
- e) Depositar la capa de recubrimiento de Ti con un espesor entre 550 y 590nm a partir de un blanco precursor de Ti (99.99%) a una presión de 2 a 4 mtorr,
25 flujo de Argón entre 8 y 12 sccm, potencial del blanco precursor entre 80 y 120 W, voltaje de polarización de -50 a -120 V y distancia interelectródica entre 8 y 12 cm.
- f) Depositar la capa de recubrimiento de TiZr con un espesor entre 550 y 590nm a partir de un blanco precursor de TiZr (30%-70%) a una presión de
30 2 a 4 mtorr, flujo de Argón entre 8 y 12 sccm, potencial del blanco precursor entre 60 y 100 W, voltaje de polarización de -50 a -120 V y distancia interelectródica entre 8 y 12 cm.

En un segundo aspecto, la invención proporciona un recubrimiento en forma de multicapa-película delgada (S/TiN/Ti/TiZr) para un sustrato empleado en
35 materiales quirúrgicos obtenido por el procedimiento descrito anteriormente que comprende una capa de recubrimiento de TiN con un espesor entre 550 y 590nm directamente sobre el sustrato, una capa intermedia de una capa de Ti con un espesor entre 550 y 590nm y una capa externa de de TiZr con un espesor entre 550 y 590nm.

Este recubrimiento multicapa-película delgada (S/TiN/Ti/TiZr) posee todas las propiedades mecánicas (alta resistencia a la corrosión y al desgaste) y biocompatibles (alta proliferación de células, baja genotoxicidad y citotoxicidad y alta oseointegración) requeridas para aplicaciones biomédicas en los que se requiere un elevado crecimiento y proliferación celular, tal como se muestra en los siguientes ejemplos.

Los siguientes ejemplos son presentados con el objetivo de describir los aspectos preferidos de la invención pero no constituyen una limitación al alcance de la misma.

EJEMPLO 1

Se utilizó como sustrato una barra de 1.25 cm de diámetro de acero biocompatible 316L comercial, fraccionada en cilindros de 4 mm de espesor cuya superficie fue pulida utilizando papel abrasivo de carburo de silicio con granulometría entre 700 y 2500 para generar terminado superficial especular; antes de ser inmersos en el reactor PVD – Sputtering, fueron sometidas a lavado ultrasónico por 15 minutos en fluido de acetona, eliminado agentes extraños como grasas y polvos, contaminación debida a manipulación. Para la síntesis de recubrimientos en capa delgada de diferentes materiales (Ti, TiN, Ti/TiN, TiZr, TiZr/Ti/TiN), se utilizó un sistema Magnetron Sputtering DC que consta de un sistema multifuente Magnetron Sputtering PVD (AJA ATC1500) INTERNATIONAL con un reactor de deposición de diámetro interno de 15" y altura de 17", sistema de vacío y válvulas y sostenedor de sustratos.

Dicho sistema se encuentra alojado en un cuarto limpio clase 1.000 para las áreas donde se depositan los recubrimientos y clase 10.000 para el cuarto en general; esto significa que existen 1000 y 10000 partículas por pie cúbico de aire en estas zonas respectivamente; cuarto evaluado y certificado por C4 - Control de Contaminación, norma ISO 9001.

Se ajustaron las condiciones para el acondicionamiento del sistema Magnetron Sputtering para la producción de recubrimientos como son: temperatura del cuarto limpio 22°C, humedad relativa 55% y presión inicial atmosférica 762 torr.

La figura 1 muestra la relación logaritmo de la presión (logP) versus tiempo de evacuación de partículas del reactor, definiendo un valor de vacío base de 5.1×10^{-6} torr, como condición suficiente para el proceso de síntesis de los materiales, tomando un valor aproximado de tiempo de 2 h 30 min mínimo para llegar a la presión base y depositar los recubrimientos.

Para la síntesis de las distintas capas protectoras sobre el sustrato de acero biocompatible 316L, se utilizaron blancos precursores de Ti y TiZr de alta pureza. Para todos los recubrimientos depositados, se establecieron como variables fijas en el proceso el voltaje de polarización a -100 V, presión base de 5.1×10^{-6} mtorr y distancia interelectródica de 10 cm. Las condiciones de síntesis de cada una de las capas de recubrimiento con un espesor de 570 nm (medido por profilometría) se presentan en la tabla 1.

Tabla 1. Condiciones de síntesis de los materiales en capa delgada de Ti, TiN, Ti/TiN, TiZr, TiZr/Ti/TiN

Material	Blanco precursor	Presión de trabajo (mtorr)	Flujo Ar (sccm)	Flujo N ₂ (Sccm)	Potencia del blanco (W)
Ti	Ti (99.99%)	3	10	-	100
TiZr	TiZr (30%70%)	3	10	-	80
TiN	Ti (99.99%)	3	10	0.15	100

EJEMPLO 2

A continuación se presenta la comparación del análisis de propiedades superficiales, mecánicas, tribológicas y de corrosión del recubrimiento multicapa de la invención TiN/Ti/TiZr comparado frente a capas delgadas protectoras de Ti, TiN/Ti, TiZr, TiN.

Análisis de propiedades mecánicas

Las medidas de dureza y módulo de elasticidad, se realizaron usando un nanoindentador NANOVEA modulo IBIS - Technology, usando el método tradicional de Oliver y Pharr, para ajuste de la curva de descarga. Se realizaron nanoindentaciones en los rangos: bajas (B), medianas (M) y altas (A) cargas (B: 0.01 - 0.4mN; M: 0.41 – 1 mN y A: 1.1 - 10 mN) obteniendo perfiles de dureza y módulo de elasticidad en función de la profundidad, determinando una carga ideal 1mN que abarca 10% del espesor para los recubrimientos. Las pruebas de nanoindentación se realizaron utilizando un indentador piramidal Berkovich acoplado a la cabeza de nanoindentación “IBIS” de Fischer – Cripps Labs y un marco de control de desplazamientos con una complianza de 0.00035 um/mN, se usó IBIS SOFTWARE para control de indentación, corrección y análisis de resultados. La dureza y módulo de elasticidad se calculó recurriendo al modelo de Oliver y Pharr.

Análisis de propiedades superficiales y tribológicas

Para el estudio del coeficiente de fricción y desgaste de los recubrimientos, se contó con un sistema tipo Ball on Disk (BOD) marca CSEM - Tribometer. Las condiciones experimentales para medir las propiedades tribológicas, fueron constantes para el conjunto de capas delgadas estudiadas; las condiciones experimentales, son mostradas en la tabla 2.

Tabla 2. Condiciones experimentales para el análisis de propiedades tribológicas

Contrapar esférico	Alúmina (Al ₂ O ₃)
Diámetro del contrapar esférico	6mm
Carga normal aplicada	1N
Distancia de recorrido	15 m
Velocidad de la prueba	10 m/s
Radio de la prueba	3mm
Frecuencia de toma de datos	2 Hz

El análisis de coeficiente de fricción, conto con el apoyo estadístico del software del equipo CSEM – tribotest, XTribot 2.5 y el paquete matemático ORIGIN. Para cálculos de espesor, rugosidad y desgaste, se empleó con un Perfilómetro XP – 2 AMBIOS. La medida de tasa de desgaste, se realizó utilizando el área transversal de la pista de desgaste después de la prueba de BOD y el modelo de Archard, que propone que el coeficiente de desgaste es directamente proporcional al volumen desgastado e inversamente proporcional a la carga normal aplicada y el recorrido de deslizamiento.

Análisis de adherencia

El ensayo de rayado (Scratch Test), se realizó en un equipo de marca Micro Test, utilizando un indentador tipo Rockwell C de 200µm de radio, carga variable de 0 a 100N, velocidad de aplicación de la carga: 1N/s, distancia: 6mm y velocidad de desplazamiento: 4,5 mm/min.

Estereoscopia

Se tomaron estereoscopias usando un equipo Olympus SZ4045 referencia # OCS07, para determinar, forma de desgaste y morfología celular, facilitando el cálculo de densidad celular por micrómetro cuadrado.

Microscopia de Escaneo Electrónico y Espectroscopía de Energía Dispersiva (SEM/EDS)

Para descripción morfológica superficial y observación celular, se utilizó un equipo SEM marca JEOL serie JSM-6460 con sonda EDS modelo Oxford INCA - Energy EDS System, con posibilidad de magnificación de 5 a 300.000X, resolución de 3nm y aceleración potencial de 0 a 30 KV.

A través de magnificaciones de 2000x y 5000x, se determinaron detalles superficiales inherentes al proceso de síntesis de materiales por Magnetron Sputtering, además de crecimiento y morfología celular. Con EDS se determinó la composición química elemental, detectando de manera discreta el porcentaje atómico de elementos presentes en los recubrimientos y sustrato. Para cálculos de conteo y población celular, se realizaron micrografías sobre sustratos y capas donde inicialmente se depositaron manualmente células de fibroblastos de la serie L929 para 72 horas de crecimiento celular a 37°C; las magnificaciones utilizadas: 50X y 500X; como se trata de muestras biológicas las cuales son no conductoras, se sometieron a un proceso de metalización (evaporación de una capa manométrica de oro generando conducción eléctrica).

Resistencia a la corrosión

Se analizaron curvas potenciodinámicas, usando el sistema Potenciostato - Galvanostato para los recubrimientos en capa delgada de Ti, TiN, TiZr, TiN/Ti y TiN/Ti/TiZr depositados sobre sustrato biocompatible 316L utilizando un equipo Potenciostat/Galvanostat Model 273 A EG&E PRINCETON APPLIED RESEARCH con celda modelo k47 Corrosion Cell System EG&E INSTRUMENT - PRINCETON APPLIED RESEARCH. Se usó electrodo de referencia Hg/KCl y platino como contraelectrodo, para el análisis de los recubrimientos en capa delgada; utilizando un barrido potenciodinámico de 1mV/s. Se observó el comportamiento de los recubrimientos usando dos soluciones electrolíticas, salmuera (3,5%p/p NaCl) y simulación de fluido sanguíneo (solución de Hank); el electrolito de Hank es una solución fisiológica artificial con ambientes rico en cloruro y pH 7,4. La solución salina balanceada de Hank, es un medio de cultivo estándar usado en la investigación biomédica para la conservación celular. No es tóxica, tiene un pH balanceado y su osmolaridad es 320 mOsm/Kg. Este medio ha sido estudiado profundamente, mostrando que en las primeras veinticuatro horas de almacenamiento, los fibroblastos se mantienen vitales. Dichos experimentos se realizaron a temperatura corporal humana (~37°C), usando baño maría durante el proceso. La composición y concentración de la solución de sangre, se muestran en la tabla 3.

Tabla 3. Composición y concentración de la solución fisiológica de Hank.

Reactivo	Concentración (g/L)
NaCl	8
KCl	0,4
NaHCO ₃	0,35
C ₆ H ₁₂ O ₆	1
NaH ₂ PO ₄ .H ₂ O	0,25
MgCl ₂ .6H ₂ O	0,19
Na ₂ HPO ₄ .2H ₂ O	0,06
MgSO ₄ .7H ₂ O	0,06

Experimentación Biológica

Para la valoración de biocompatibilidad se determinó la proliferación celular, conteo celular, citotoxicidad y genotoxicidad.

Conteo celular de fibroblastos usando SEM y estereoscopía

- 5 Se cultivaron en forma de monocapa fibroblastos de ratón de la línea celular L929, haciéndose observaciones después de 72 h en ambiente controlado de 37°C, sobre la capacidad de las células en crecer sobre las superficies de los recubrimientos sintetizados por Magnetron Sputtering, a través de SEM y Estereoscopía, determinando la densidad celular en el área de campo óptico.

10

Test de proliferación celular (Kit XTT Cell Proliferation ROCHE ®)

- Las células se sembraron en 24 de los 96 pozos de una placa de cultivo de tejido de 96 pozos y se incubaron con la solución de XTT (concentración final 0.3 mg/mL) de 4 a 24 h. Después de este período de incubación, se hace la solución de formazan de color anaranjada, que es cuantificada espectro-fotométricamente usando un lector de placas de ELISA. El aumento en el número de células vivas da un aumento en la actividad total de deshidrogenasa mitocondrial en la muestra, lo que permite correlacionar la respuesta con la cantidad de formazan que se ha formado. Este resultado es usado para la medición de proliferación celular en respuesta a diferentes factores, como citoquinas y factores de crecimiento. La línea L929 se siembran en microplacas de cultivo celular, en 24 de los 96 pozos, con fondo plano y un volumen final de 200 µL de medio de cultivo fresco; el cultivo se mantiene en una atmósfera humidificada (37°C, 5% CO₂). Después del período de incubación inicial se retira el medio y se lavan las células con solución de PBS 3 veces por 5 minutos, posteriormente se adiciona a cada pozo 50 µL de la mezcla de XTT y 100 µL del medio de crecimiento, generando una concentración final de 0.3 mg/mL de XTT. Las placas son incubadas de 24 a 96 h en atmósfera humidificada (37°C, 5% CO₂). Las mediciones de la absorción se realizan cada 24 horas usando el lector de microplacas para verificar la proliferación celular de fibroblastos L929 estimulados con señales de campo magnético y los no tratados con los respectivos controles de crecimiento.

30

Test de citotoxicidad (Kit LDH ROCHE ®)

- 35 Las células son incubadas por 24 horas en condiciones (37°C, 5% CO₂, 90% humedad) para permitir que se adhieran firmemente a la matriz. Pasado el tiempo de incubación, el medio de crecimiento es retirado y las células son lavadas 3 veces con PBS por 5 minutos, se les adiciona medio de crecimiento. Durante el tiempo del ensayo las placas son incubadas en las mismas condiciones descritas anteriormente. Las determinaciones de citotoxicidad se realizan a las 6 y 24 horas, utilizando el lector de placas de ELISA.

40

Test de Genotoxicidad (SOS CHROMOTEST™)

Se realizó la dilución preliminar de la bacteria y se verificó la densidad, luego se
5 agregaron 100µL de la suspensión bacteriana diluida en cada pocillo de las
columnas que contienen material que será ensayado. Se incubaron las
microplacas a 37°C por 2h y la cantidad relativa de β-galactosidasa producida
como resultado de esta interacción, es medida a través de la adición de un
substrato cromogénico.

10

Resultados comparativos

La tabla 4 resume las propiedades superficiales, mecánicas, tribológicas y de
corrosión del recubrimiento multicapa de la invención TiN/Ti/TiZr comparado frente
a capas delgadas de Ti, TiN/Ti, TiZr, TiN y la tabla 5 presenta los resultados de los
15 ensayos biológicos del recubrimiento multicapa de la invención TiN/Ti/TiZr
comparado frente al sustrato acero inoxidable 316L empleado como material de
sustratos quirúrgicos.

20

25

30

Tabla 4. Propiedades superficiales, mecánicas, tribológicas y de corrosión

MATERIAL	PROPIEDAD	RESPUESTA
Ti	Conteo celular	233.33%
	Proliferación celular	Alta
	Citotoxicidad	-3.3%
	Genotoxicidad	Probable
	COF	0.8
	Dureza	6.76 GPa
	Módulo de elasticidad	179.92 GPa
TiN	Conteo celular	160%
	Proliferación celular	Alta
	Citotoxicidad	1.5%
	Genotoxicidad	Probable
	COF	0.28
	Dureza	17.34 GPa
	Módulo de elasticidad	235.47 GPa
TiN/Ti	Conteo celular	180%
	Proliferación celular	Alta
	Citotoxicidad	2.2%
	Genotoxicidad	No probable
	COF	0.71
	Dureza	6.68 GPa
	Módulo de elasticidad	254.78 GPa
TiZr	Conteo celular	368.8%
	Proliferación celular	Media
	Citotoxicidad	3.8%
	Genotoxicidad	No probable
	COF	0.5
	Dureza	7 GPa
	Módulo de elasticidad	177.16 GPa
TiN/Ti/TiZr (recubrimiento de la invención)	Conteo celular	397.7%
	Proliferación celular	Media
	Citotoxicidad	3.9%
	Genotoxicidad	No probable
	COF	0.68
	Dureza	6 GPa
	Módulo de elasticidad	154.7 GPa

Tabla 5. Resultados de los ensayos biológicos del recubrimiento de la invención (TiN/Ti/TiZr) frente al acero 316L

5

PROPIEDAD	TiN/Ti/TiZr	316L
Conteo celular	397.7%	100%
Densidad celular*	44.8x10 ⁴ células/cm ²	11.2x10 ⁴ células/cm ²
Citotoxicidad	3.9%	2.4%
GenotocixidadSOSIP	No probable <0	Probable >0
COF	0.68	0.90
Dureza	6 GPa	4.81GPa
Modulo Elasticidad	154.7 GPa	222.6 GPa
Rugosidad	75 nm	64nm
Tasa Desgaste	71x2πx10 ⁻¹² mm ³ /Nm	12x2πx10 ⁻¹² mm ³ /Nm

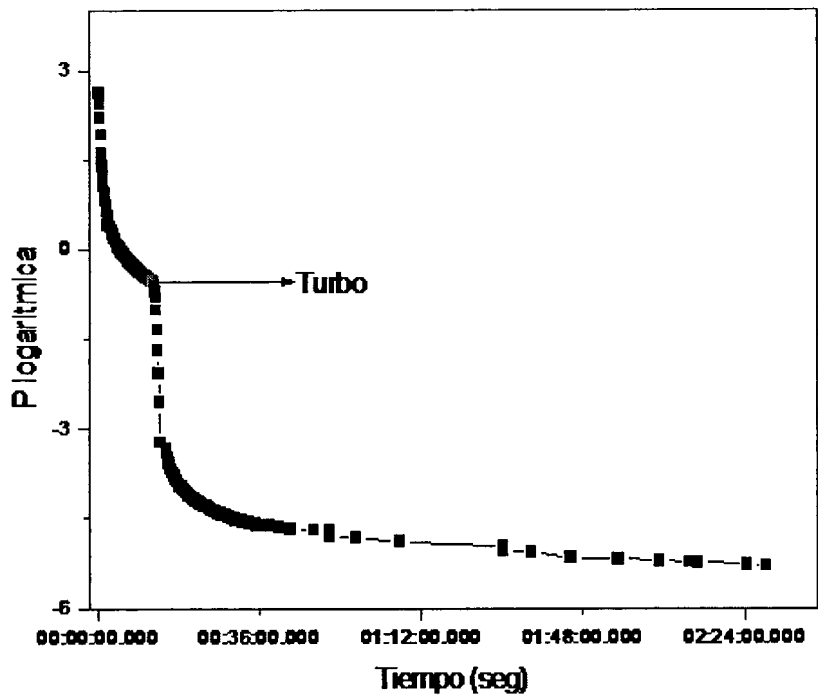
Potencial de Corrosión Solución NaCl 3.5%	-167mV	-270mV
Potencial de Corrosión Solución Hank	-222mV	-295 mV

*Línea L929 después de incubación durante 72 horas

Aunque la presente invención se ha descrito mediante las realizaciones preferentes mostradas no limitativas de la invención, queda entendido que las 5 modificaciones y variaciones que conserven su contenido esencial y elemental se entienden dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la fabricación de un recubrimiento multicapa-película delgada para el tratamiento de sustratos biomédicos que comprende:
 - 5 a) Pulir la superficie del sustrato hasta una granulometría entre 700 y 2500 para generar terminado superficial especular
 - b) Lavar con acetona en ultrasonido durante un periodo entre 10 a 20 minutos
 - c) Sumergir el sustrato de la etapa b) en un reactor PVD – Magnetron Sputtering DC a una temperatura entre 20 a 25°C, vacío de 5.1×10^{-6} torr y
 - 10 humedad relativa 50 a 60%
 - d) Depositar la capa de recubrimiento de TiN con un espesor entre 550 y 590nm a partir de un blanco precursor de Ti (99.99%) a una presión de 2 a 4 mtorr, flujo de Argón entre 8 y 12 sccm, flujo de nitrógeno entre 0.1 y 0.2 sccm, potencial del blanco precursor entre 80 y 120 W, voltaje de
 - 15 polarización de -50 a -120 V y distancia interelectródica entre 8 y 12 cm.
 - e) Depositar la capa de recubrimiento de Ti con un espesor entre 550 y 590nm a partir de un blanco precursor de Ti (99.99%) a una presión de 2 a 4 mtorr, flujo de Argón entre 8 y 12 sccm, potencial del blanco precursor entre 80 y 120 W, voltaje de polarización de -50 a -120 V y distancia interelectródica
 - 20 entre 8 y 12 cm.
 - f) Depositar la capa de recubrimiento de TiZr con un espesor entre 550 y 590nm a partir de un blanco precursor de TiZr (30%-70%) a una presión de 2 a 4 mtorr, flujo de Argón entre 8 y 12 sccm, potencial del blanco precursor entre 60 y 100 W, voltaje de polarización de -50 a -120 V y distancia
 - 25 interelectródica entre 8 y 12 cm.
2. Recubrimiento en forma de multicapa-película delgada para el tratamiento de sustratos biomédicos caracterizado porque comprende una capa de recubrimiento de TiN con un espesor entre 550 y 590nm directamente
 - 30 sobre el sustrato, una capa intermedia de una capa de Ti con un espesor entre 550 y 590nm y una capa externa de TiZr con un espesor entre 550 y 590nm.
3. Uso de un producto de multicapa-película delgada de la reivindicación 2 para el recubrimiento de acero inoxidable 316L, aleación Co-Cr y aleación
 - 35 de Ti como sustratos empleados en implantes quirúrgicos.



5

10

FIGURA 1

BIBLIOGRAFIA

- [1] N. Laube, L. Kleinen, J. Bradenahl, A. Meißner, "Diamond – like - carbon coatings on ureteral stents – a new strategy in reducing formation of crystalline bacterial biofilms" Der Urologe (132 - 141) 2006. Germany.
- 5 [2] R. Fellenberg "Biomedical Applications of Plasma Processing". Rev. Society of Vacuum Coaters 50 (2007) ISSN 0737-5921 (107-112).
- [3] N. Laube, F. Bruckert, B. Major. "Detachment Kinetics of Eukaryote Cells from Biocompatible PVD Coatings". Rev. Society of Vacuum Coaters 50 (2007) ISSN 0737-5921 (113 - 116)
- 10 [4] E. De Las Heras, F. Walthera. "Microestructura y Comportamiento Frente a la Corrosión de un Acero AISI 316L Nitruado por Plasma" MEMAT 2005, Mar del Plata, Octubre de 2005
- 15 [5] V. Singh, K. Marchev, C. V. Cooper, E. I. Meletis. "Intensified plasma-assisted nitriding of AISI 316L stainless steel". Surface and Coatings Technology 2002, Vol 160 pp 249-258.
- [6] M. P. Fewell, D. R. G. Mitchell, J. M. Priest, K. T. Short, G. A. Collins. "The nature of expanded austenite". Surface and Coatings Technology 2000, Vol 131 pp 300-306.
- 20 [7] Rubin Ortega de la Rosa, Claudia Franco, Eduardo Vald, Guillermo de Anda Rodriguez "Dispersión Asistida por Magnetron en Películas de TiN" Rev. Fac. Ing. - Univ. Tarapac., vol. 13 N 2, 2005, pp. 31-38
- 25 [8] Y.X. Leng, J.Y. Chen, P. Yang, J. Wang, A.S. Zhao, G.J. Wan, H. Sun, N. Huang "The microstructure and mechanical properties of TiN and TiO₂/TiN duplex films synthesized by plasma immersion ion implantation and deposition on artificial heart valve" Surface & Coatings Technology 201 (2006) 1012–1016
- 30 [9] D. M. Devia, J. Restrepo, A. Ruden, J. González, F. Sequeda, P. J. Arango "The Tribological Characteristics of TiN, TiC, TiC/TiN Films Prepared by Reactive Pulsed Arc Evaporation Technique" Rev. Society of Vacuum Coaters 2009 (32-36) ISSN 0737-5921
- 35 [10] Patente: Ajai Kumar "Diamon Like Carbon Coated Dental Instrument" Abril 2 de 2002. # US6364662B1. Estados Unidos
- [11] A. Devia, V. Benavides, E. Restrepo, D.F. Arias, R. Ospina. Vacuum 81 (2006) 378–384
- 40 [12] Alfonso Devia Cubillos, Elisabeth Restrepo Parra, Belarmino Segura Giraldo, Yulieth Cristina Arango, Diego Fernando Arias Mateus. Surface & Coatings Technology 190 (2005) 83– 89
- 45 [13] D.F. Arias, Y.C. Arango, A. Devia. Applied Surface Science 252 (2005) 1175–1181
- [14] D. Devia, R. Ospina, V. Benavides, E. Restrepo, A. Devia. Vacuum 78 (2005) 67–71
- 50 [15] Chiung-Fang Huang, Hsin-Chung Cheng, Chung-Ming Li, Chang-Chih Chen, Keng-Liang Ou, "Microstructure and phase transition of biocompatible titanium oxide film on titanium by plasma discharging" Journal of Alloys and Compounds 476 (2009) 683–688.
- 55 [16] Faghihi, S.; Azari, F.; Li, H.; Bateni, M.R.; Szpunar, J.A.; Vali, H.; Tabrizian, M. "The significance of crystallographic texture of titanium alloy substrates on pre-osteoblast responses". Biomaterials 2006, 27, 3532-3539.
- [17] Sun, Z.L.; Wataha, J.C.; Hanks, C.T. "Effects of metal ions on osteoblast-like cell metabolism and differentiation". J. Biomed. Mater. Res. 1997, 34, 29-37.
- 60 [18] Kalbacova, M.; Roessler, S.; Hempel, U.; Tsaryk, R.; Peters, K.; Scharnweber, D.; Kirkpatrick, J.C.; Dieter, P "The effect of electrochemically simulated titanium cathodic

corrosion products on ROS production and metabolic activity of osteoblasts and monocytes/macrophages". *Biomaterials* 2007, 28, 3263-3272.

- 5 [19] Tamaki, Y.; Sasaki, K.; Sasaki, A.; Takakubo, Y.; Hasegawa, H.; Ogino, T.; Konttinen, Y.T.; Salo, J.; Takagi, M. "Enhanced osteolytic potential of monocytes/macrophages derived from bone marrow after particle stimulation". *J. Biomed. Mater. Res. B* 2008, 84, 191-204.

- 10 [20] Clohisy, J.C.; Hirayama, T.; Frazier, E.; Han, S.K.; Abu-Amer, Y. NF "Signalling blockade abolishes implant particle-induced osteoclastogenesis". *J. Orthop. Res.* 2004, 22, 13-20.

[21] V. Singh, K. Marchev, C. V. Cooper, E. I. Meletis. "Intensified plasma-assisted nitriding of AISI 316L stainless steel". *Surface and Coatings Technology* 2002, Vol 160 pp 249-258.

- 15 [22] Zhendong Hong, Lan Luan, Se-Bum Paik, Bin Deng, Donald E. Ellis "Crystalline hydroxyapatite thin films produced at room temperature an opposing radio frequency magnetron sputtering approach" *Thin Solid Films* 515 (2007) 6773–6780.

- 20 [23] S. Hontsu, T. Matsumoto, J. Ishii, M. Nakamori, H. Tabata, T. Kawai "Electrical properties of hydroxyapatite thin films grown by pulsed laser deposition" *Thin Solid Films* 295 (1997) 214-217.

- 25 [24] M. Braic, M. Balaceanu, V. Braic, A. Vladescu, T. G. Pavelescu, M. Albuлесcu. "Synthesis and characterization of TiN, TiAlN and TiN/TiAlN biocompatible coatings" *Surface & Coatings Technology* 200 (2005) 1014– 1017

[25] J. S. Bull "Tribology of carbon coatings: DLC" *Diamond and related Materials* 4(1995)827-836

- 30 [26] M. Sedlaček, B. Podgornik, J. Vižintin "Tribological properties of DLC coatings and comparison with test results: Development of a database" *Materials Characterization* 59 (2008)151-161

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -



RECIBO DE CAJA

No. 13 - 0054548

Bogotá D.C., Junio 06 de 2013 - 08:33:08

RECIBIDO DE : UNIVERSIDAD DEL VALLE NI 890.399.010

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	413479404	29/05/2013	1.000.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr.UNDITARIO	Vr.CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	2249 DTO 50% PTC SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCIÓN	250.000.00	250.000.00
				\$250.000.00

SON: **DOSCIENTOS CINCUENTA MIL PESOS MONEDA CORRIENTE***

Responsable: _____

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-138093- -00000-0000

Fecha: 2013-06-07 11:00:24 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 411 PRESENTACION Folios: 31

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia

Web: www.sic.gov.co e-mai: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

Junio 6 de 2013 - 08:33:09

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
FORMULARIO DE REDUCCIÓN DE TASAS

1. Identificación del Trámite☐

PATENTE DE INVENCION

☐

PATENTE DE MODELO DE UTILIDAD

☐

Examen de Patentabilidad

☐

Tasas de Mantenimiento

☐**2. BENEFICIARIO**Nombre: **UNIVERSIDAD DEL VALLE**

Dirección: CALLE 13 No. 100 - 00

Teléfono: 315 2849325

Nacionalidad o Domicilio: CALI - COLOMBIA

Ciudad: CALI

IDENTIFICACIÓN☐

C.C.

☒

NIT

☐

C.E.

☐

Otro

890.399.010

En caso de ser una persona natural y carecer de medios económicos y por tanto lo aplique la reducción de tasas a la que se refiere la resolución vigente en tarifas, debe firmar la presente solicitud bajo la gravedad de juramento.

3. AnexosPersona Natural ☐Persona Jurídica ☒**UNIVERSIDAD DEL VALLE**

Nombre o denominación / Nombre ó razón social

Tipo de empresa

Micro ☐Pequeña ☐Mediana ☐Otra ☐Documento de identificación: C.C. ☐ C.E. ☐ NIT ☒ Otro ☐ Número: 890.399.010**Micro, pequeñas y medianas empresas**☐ Copia simple de la declaración de renta del año inmediatamente anterior, o en su defecto prueba documental idónea.☐ Documento de constancia de cumplimiento con lo establecido en la ley 905 de 2004.**Universidades públicas o privadas**☒ Universidad pública☐ Universidad privada

Copia acto de reconocimiento institucional emitido por el Ministerio de Educación.

Entidades sin ánimo de lucro☐ Copia de registro vigente en Cámara de comercio.☐ Hoja de información complementaria.☐ Otros, especificarNacionalidad/País de constitución
COLOMBIADirección y domicilio del titular
CALLE 13 No. 100-00, Cali.

Dirección electrónica

felipefigueroac@yahoo.com.mx

No. Fax

Número telefónico

315 2849325

4. Firma

Felipe Eduardo Figueroa Cardozo

Nombre del Firmante

Firma

C.C. 16940582

Tarjeta Profesional 140243 C.S. de la J.

CONTRATO DE CESIÓN DE DERECHOS

Entre los suscritos, a saber, por una parte **IVÁN ENRIQUE RAMOS CALDERÓN**, mayor de edad y vecino de Cali (Valle), identificado con cédula de ciudadanía No. 14.989.446 expedida en Cali, quien en calidad de Rector, actúa en nombre y representación legal de la **UNIVERSIDAD DEL VALLE**, quien en adelante y para todos los efectos se denominará el **CESIONARIO**, por una parte, y por la otra **ALEXANDER RUDEN MUÑOZ, FEDERICO SEQUEDA, JOSÉ OSCAR GUTIÉRREZ MONTES Y WILLIAM CRIOLLO**, mayores de edad y domiciliados en Cali (Valle), identificados como aparece al pie de sus firmas, quienes son los inventores del objeto "**RECUBRIMIENTO BIOCOMPATIBLE TIPO MULTICAPA-PELÍCULA DELGADA S/TIN/TI/TIZR COMO TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS**" y que en adelante se denominarán los **CEDENTES**, hemos acordado celebrar el presente Contrato de Cesión total de Derechos Patrimoniales que se registrará por la Decisión Andina 486 de 2000, Acuerdo 023/03 C.S. y demás disposiciones Nacionales y Supranacionales que regulan la materia y en especial por las siguientes cláusulas. **PRIMERA. Objeto.-** Los **CEDENTES** manifiestan que de manera voluntaria y gratuita realizan la cesión total a favor del **CESIONARIO** de los derechos patrimoniales que a ellos les corresponden del desarrollo denominado "**RECUBRIMIENTO BIOCOMPATIBLE TIPO MULTICAPA-PELÍCULA DELGADA S/TIN/TI/TIZR COMO TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS**" sobre el cual se iniciará el trámite correspondiente a la solicitud de obtención de patente de invención ante la Superintendencia de Industria y Comercio. **PARAGRAFO.-** Las partes convienen que esta cesión corresponde al **cien por ciento (100%)** del total de los derechos patrimoniales derivados o que se deriven de la explotación comercial y económica de la invención "**RECUBRIMIENTO BIOCOMPATIBLE TIPO MULTICAPA-PELÍCULA DELGADA S/TIN/TI/TIZR COMO TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS**". **SEGUNDA. Determinación y alcance del objeto.-** Los derechos que a través de este contrato se ceden incluyen todos los derechos patrimoniales, es decir transformación, promoción, difusión, explotación comercial y divulgación de la invención, tanto en el campo Nacional como Internacional y son otorgados sin ninguna limitación en cuanto a territorio se refiere. Así mismo, esta cesión se da por todo el término de duración establecido en la legislación Nacional y Supranacional para los derechos de propiedad industrial que se obtengan a través del trámite de solicitud de patente de invención, bien sea solicitudes nacionales o por la vía del PCT, en el territorio Colombiano y en el extranjero. **TERCERA. Derechos Morales.-** La cesión de los derechos señalados en las cláusulas anteriores, no implican la cesión de los derechos morales sobre el desarrollo denominado: "**RECUBRIMIENTO BIOCOMPATIBLE TIPO MULTICAPA-PELÍCULA DELGADA S/TIN/TI/TIZR COMO TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS**", dado que estos derechos son irrenunciables, imprescriptibles, inembargables e inalienables, por tanto, los mencionados derechos seguirán radicados en cabeza



de los CEDENTES. **CUARTA. Elaboración y Responsabilidad.**- Los CEDENTES manifiestan que el desarrollo denominado: **"RECUBRIMIENTO BIOCOMPATIBLE TIPO MULTICAPA-PELÍCULA DELGADA S/TIN/TI/TIZR COMO TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS"** objeto del presente contrato, es original que son sus inventores exclusivos y fue desarrollado, sin violar o usurpar derechos de autor de terceros, por tanto el desarrollo es de su exclusiva autoría y detentan la titularidad del mismo, la cual ceden en virtud del presente contrato, **PARÁGRAFO.**- En caso de presentarse cualquier tipo de reclamación o acción por parte de un tercero en cuanto a los derechos de propiedad industrial sobre el desarrollo denominado **"RECUBRIMIENTO BIOCOMPATIBLE TIPO MULTICAPA-PELÍCULA DELGADA S/TIN/TI/TIZR COMO TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS"** los CEDENTES asumirán toda la responsabilidad y saldrán en defensa de los derechos aquí cedidos. Por tanto, para todos los efectos del presente acuerdo el **CESIONARIO** actúa como tercero de buena fe, no existiendo impedimento de cualquier naturaleza para la concesión de los derechos previstos en este contrato, respondiendo así por cualquier acción de reivindicación, plagio u otra clase de reclamación que al respecto pudiera sobrevenir. **QUINTA. Autorizaciones.**- **EL CESIONARIO** se encuentra facultado para solicitar la protección de patente de invención en Colombia o en el exterior con las formalidades legales respectivas. **SEXTA. Obligaciones de las Partes.**- **1. Del CESIONARIO:** a) Mantener informados a los CEDENTES respecto a los tramites de solicitud y obtención de patentes de invención y de las negociaciones o cualquier clase de relación contractual que implique la obtención de utilidad económica sobre el objeto **"RECUBRIMIENTO BIOCOMPATIBLE TIPO MULTICAPA-PELÍCULA DELGADA S/TIN/TI/TIZR COMO TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS"** b) Reconocer y remunerar a los CEDENTES de acuerdo a lo reglado por el Estatuto de Propiedad Intelectual de la Universidad del Valle por cada acto que implique una explotación comercial directa o indirecta de la invención. c) Reconocer y dar publicidad a los derechos morales de los inventores sobre el objeto. d) Fomentar y estimular el desarrollo de investigaciones y los consecuentes procesos de protección de derechos de propiedad industrial al interior de la Entidad. **2. De los CEDENTES:** a) Prestar colaboración efectiva para la redacción de las reivindicaciones de la solicitud de patente, el examen de patentabilidad y la contestación a oposiciones, en caso que se presenten. b) Responder por cualquier acción de reivindicación, plagio u otra clase de reclamación que al respecto pudiera sobrevenir. **SÉPTIMA. Divulgación y Comercialización.**- **EL CESIONARIO**, posterior a la presentación de la respectiva solicitud de obtención de patente, se obligan a llevar a cabo todos los actos o gestiones que según su criterio tiendan a obtener la mayor promoción, difusión, explotación comercial y divulgación de la invención, tanto en el campo nacional como internacional, gestiones con las que Los CEDENTES deberán prestar su mayor colaboración cuando así sea solicitada por **EL CESIONARIO**, para cuyo efecto Los CEDENTES autorizan a **EL CESIONARIO** y/o sus representantes o concesionarios con los cuales tengan una vinculación contractual.



vigente para que utilicen sus nombres o demás datos en la forma en que EL CESIONARIO lo estime conveniente. **OCTAVA. Exclusividad.-** Los CEDENTES manifiestan que los derechos sobre el desarrollo denominado "RECUBRIMIENTO BIOCOMPATIBLE TIPO MULTICAPA-PELÍCULA DELGADA S/TIN/TI/TIZR COMO TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS", no han sido cedidos con antelación y que sobre ellos no pesa ningún gravamen ni limitación en su uso o utilización. **NOVENA. Solución de Controversias.-** Los conflictos que surjan durante la vigencia del presente contrato, se solucionaran preferiblemente mediante los mecanismos de la conciliación y transacción. **DECIMA. Cláusula Compromisoria.-** Las divergencias que surjan con ocasión del presente contrato y de las obligaciones derivadas del mismo, se solucionaran, si llegaren a fracasar los mecanismos antes contemplados, a través de un Tribunal de Arbitramento constituido para el efecto por la Cámara de Comercio de la ciudad de Cali, dentro de los quince (15) días hábiles siguientes a la presentación de la petición por cualquiera de las partes contratantes, y cuyos costos serán asumidos por partes iguales tanto por los **CEDENTES** como por **EL CESIONARIO**. El Tribunal estará integrado por dos (2) árbitros especialistas en el tema objeto del presente contrato y fallarán el Laudo que resulte en derecho. **DECIMA PRIMERA. Gastos.-** Los gastos que llegare a ocasionar el presente contrato correrán a cargo de **EL CESIONARIO**. **DECIMA SEGUNDA. Domicilio Contractual.-** Las partes contratantes estipulan como domicilio contractual la ciudad de Santiago de Cali.

En constancia de lo anterior, se firma en Cali el 25 de agosto de 2011.

Ram
IVÁN ENRIQUE RAMOS CALDERÓN
C.C. 14.989.446
CESIONARIO

Federico Sequeda
FEDERICO SEQUEDA
C.C. 13803209
CEDENTE

DILIGENCIA DE AUTENTICACION	
EL NOTARIO VEINTIUNA (E) DEL CIRCULO DE SANTIAGO DE CALI	
HACE CONSTAR	
QUE LA FIRMA PUESTA EN EL ANTERIOR DOCUMENTO ES SIMILAR A LA REGISTRADA EN	
ESTA NOTARIA POR: <i>Ivan Enrique Ramos</i>	
<i>Ramos C.</i> CON C.C. <i>14.989.446</i>	
DE <i>Ramos</i> DE ACUERDO A LA	
CONFRONTACION HECHA DE ELLA.	
SANTIAGO DE CALI. <i>27</i> AGO 2011	
<i>CJ</i>	
NOTARIO ENCARGADO	

NOTARIA VEINTIUNA
Carlos Enrique Gutiérrez Jaramillo
NOTARIO ENCARGADO



ALEXANDER RUDEN MUNOZ

C.C. 16042817

CEDENTE

JOSÉ OSCAR GUTIERREZ MONTES

C.C.

CEDENTE

WILLIAM CRIOLLO

C.C. 16727155 Cali

CEDENTE

03 174732

DILIGENCIA DE PRESENTACION PERSONAL RECONOCIMIENTO

En Santiago de Cali, el 25/08/2011 a las 05:56 p.m., el escrito que antecede fue presentado personalmente por:

FEDERICO SEQUEDA OSORIO

Quien exhibió:

C.C. 13.803.209

quien ademas declaro que su contenido es cierto y verdadero y que la firma y la huella que en el aparecen son suyas

Federico Sequeda Osorio

El Compareciente

Holmes Rafael Cardona Montoya

HOLMES RAFAEL CARDONA MONTAÑA
NOTARIO

Notaría 21 Santiago de Cali

REPUBLICA DE COLOMBIA
AUTENTICACION
EBO
21 DE SANTIAGO DE CALI

02

NOTARIA

HÉCTOR MARIO GARCÉS PADILLA

PRESENTACIÓN PERSONAL Y RECONOCIMIENTO DE CONTENIDO, FIRMA Y HUELLA

En Cali, el 26/08/2011 a las 10:33 a.m.

Ante el Despacho de la Notaría Cuarta de Cali se presentó:

JOSE OSCAR GUTIERREZ MONTES

Quien se identificó con: C.C.: No. 14.966.475

y declaró que el contenido del anterior documento es cierto y que la firma y huella que aparecen en el son las suyas.

Jose Oscar Gutierrez Montes

COMPARECIENTE

MARTHA CECILIA CHICA ARCE
NOTARIA (E) CUARTA DEL CÍRCULO DE CALI

FRANCISCO ALBERTO ERAZO ESCOBAR



01

República de Colombia

NOTARIA ONCE DE CALI
PRESENTACION PERSONAL Y RECONOCIMIENTO DE
CONTENIDO Y HUELLA

Ante el Despacho de la NOTARIA ONCE DEL CIRCULO DE CALI COMPARECIÓ:

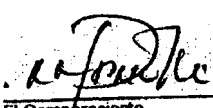


WILLIAM DAVID CRIOLLO GOMEZ

Quien exhibió: C.C.: No. 16.727.155

Y declaró que el contenido del anterior documento es cierto y que la firma y huella que aquí aparecen son las suyas.

Fecha 26/08/2011 Hora: 11:52


El Compareciente



ALVARO NINO SERRANO
NOTARIO

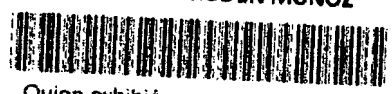
02

175263

DILIGENCIA DE PRESENTACION PERSONAL RECONOCIMIENTO

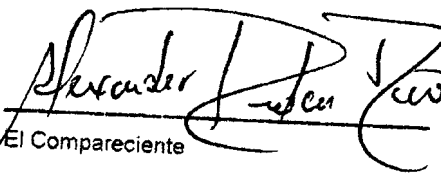
En Santiago de Cali, el 27/08/2011 a las 11:20 a.m., el escrito que antecede fue presentado personalmente por:

ALEXANDER RUDEN MUÑOZ

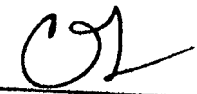


Quien exhibió: C.C 16.074.087

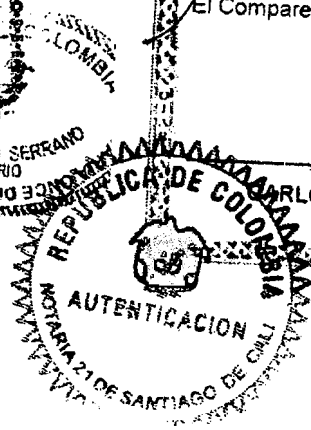
quien ademas declaro que su contenido es cierto y verdadero y que la firma y la huella que en el aparecen son suyas


El Compareciente





CARLOS ENRIQUE GUTIERREZ JARAMILLO
NOTARIO ENCARGADO





Vice-Rectoría de Investigaciones

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
E. S. D.

IVAN ENRIQUE RAMOS CALDERON, mayor de edad y vecino de Cali (Valle), identificado con cédula de ciudadanía No. 14.989.446 expedida en Cali (Valle), quien como Rector, cargo para el fui designado según resolución No.038 del 14 de Octubre de 2011, emanada del Consejo Superior de la Universidad del Valle, actúa en nombre y representación legal de la **UNIVERSIDAD DEL VALLE**, ente universitario autónomo del orden estatal u oficial, vinculado al Ministerio de Educación Nacional, creada por la Asamblea Departamental del Valle, con Personería Jurídica aclarada por el Decreto No. 1406 de junio 21 de 1956, emanada de la Presidencia de la República, y en ejercicio de la autorización conferida por el Artículo 25, literal ñ) del Estatuto General de la Universidad, manifiesto de manera expresa que, por medio del presente escrito, confiero poder especial, amplio y suficiente para actuar al Doctor **FELIPE EDUARDO FIGUEROA CARDOZO**, identificado con la cedula de ciudadanía número 16.940.582 de Cali, abogado en ejercicio, portador de la Tarjeta Profesional No. 140.243 expedida por el Consejo Superior de la Judicatura, para que en mi nombre y representación, adelante la totalidad de la actuación administrativa concerniente a SOLICITAR, OBTENER Y CONSERVAR la patente de invención sobre el objeto **"RECUBRIMIENTO BIOCOPATIBLE TIPO MULTICAPA-PELÍCULA DELGADA COMO TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS Y PROCESO DE FABRICACIÓN DEL MISMO"**.

Así mismo, manifiesto que mi apoderado queda ampliamente facultado para recibir notificaciones, desistir, sustituir, impugnar, cancelar, contestar requerimientos, solicitar examen de patentabilidad de la invención y demás facultades inherentes al mandato judicial.

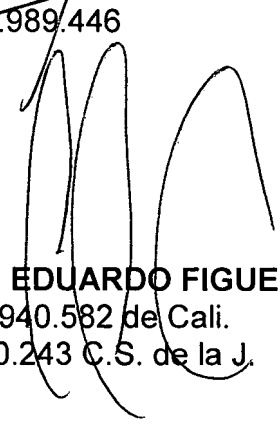
En éstas condiciones y, en virtud de lo anteriormente señalado, respetuosamente solicito se sirva reconocer al Doctor **FELIPE FIGUEROA C.** personería para actuar.

De ustedes,

Atentamente,


IVÁN ENRIQUE RAMOS CALDERÓN
C.C. 14.989.446

Acepto.


FELIPE EDUARDO FIGUEROA CARDOZO
C.C 16.940.582 de Cali.
T.P. 140.243 C.S. de la J.

9944
ASESORIA JURIDICA
REVISADO



Universidad del Valle
Ciudad Universitaria Meléndez - A.A. 25360
Teléfono: (572) 339 3259 - 331 5172 - 321 2100 Ext. 2257
Telefax: (572) 321 2310
e-mail: vrin@univalle.edu.co
Santiago de Cali - Colombia

	EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN ☒ Patente de Invención ☐ Patente modelo de utilidad ☐ PCT	
(21) No. De solicitud	(51) int. Cl:	
(22) Fecha de solicitud	(71) Solicitante (s) UNIVERSIDAD DEL VALLE	
(30) Prioridad	(72) Interventor (es) Federico Sequeda Osorio José Oscar Gutiérrez Montes Alexander Ruden Muñoz William David Criollo Gómez	
(31) No. Prioridad		
(32) Fecha		
(33) País	(74) Apoderado (s) FELIPE EDUARDO FIGUEROA CARDOZO	
(54) Título RECUBRIMIENTO BIOCOMPATIBLE TIPO MULTICAPA-PELÍCULA DELGADA COMO TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE SUSTRATOS BIOMÉDICOS Y PROCESO DE FABRICACIÓN DEL MISMO		
Las casillas identificadas con 85, 86 y 87 sólo aplican para PCT		
(85) Fecha límite inicio Fase Nacional		
(86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT Fecha de presentación de la solicitud Fecha No. de solicitud PCT	(87) Publicación internacional Fecha Fecha (dd/mm/aa) No. Publicación WO	
Resumen reivindicación (es): La presente invención divulga un proceso para la fabricación de un recubrimiento multicapa-película delgada empleado en el tratamiento de sustratos biomédicos y un recubrimiento en forma de multicapa-película delgada (S/TiN/Ti/TiZr) para el tratamiento de sustratos biomédicos empleados en implantes quirúrgicos. Un proceso para la fabricación de un recubrimiento multicapa-película delgada para el tratamiento de sustratos biomédicos que comprende: a) Pulir la superficie del sustrato hasta una granulometría entre 700 y 2500 para generar terminado superficial especular b) Lavar con acetona en ultrasonido durante un periodo entre 10 a 20 minutos c) Sumergir el sustrato de la etapa b) en un reactor PVD – Magnetron Sputtering DC a una temperatura entre 20 a 25°C, vacío de 5.1x10-6 torr y humedad relativa 50 a 60% d) Depositar la capa de recubrimiento de TiN con un espesor entre 550 y 590nm a partir de un blanco precursor de Ti (99.99%) a una presión de 2 a 4 mtorr, flujo de Argón entre 8 y 12 sccm, flujo de nitrógeno entre 0.1 y 0.2 sccm, potencial del blanco precursor entre 80 y 120 W, voltaje de polarización de -50 a -120 V y distancia interelectródica entre 8 y 12 cm.		
PI02-F09 (2009-11-18)		



No. 13-138093- -00000-0000

Fecha: 2013-06-07 11:00:24 Dep. 2020 DIR.NUEVASOR)
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 411 PRESENTACION Folios: 31

PATENTE DE INVENCION ☐ MODEL C

☐	Indicación que se solicita una pater.
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Descripción de la invención
☐	Dibujos de ser estos pertinentes
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)
Completa ☐	Incompleta ☐

PATENTE DE INVENCION PCT ☐ MODELO DE UTILIDAD PCT ☐ Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

☐	Indicación que se solicita una PCT
☐	Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
☐	Dibujos de ser estos pertinentes
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
Completa ☐	Incompleta ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐ (Art. 119 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita Diseño industrial
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐	Incompleta ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐ (Art. 92 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita un esquema de trazado
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica de un esquema de trazado
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐	Incompleta ☐