ESTUDIO MECÁNICO Y ELECTROQUÍMICO DE LA SUPERALEACIÓN MA956 COMO BIOMATERIAL PROTESICO

Hugo Canahua Loza 1

RESUMEN

Mediante un tratamiento térmico de oxidación a 1100 °C, y durante 100 horas, se genera sobre la superaleación MA956 una capa superficial de alúmina alfa, fuertemente adherida con un espesor cercano a 5 micras. El sistema dual metal-cerámica tiene la ventaja de que la capa superficial se genera in situ de manera mucho más sencilla que otros procesos convencionales. Experimentos in vitro han corroborado que la superaleación MA956 con y sin capa superficial de alúmina exhibe un excelente comportamiento frente a la corrosión, mucho más bajo que los biomateriales convencionales. Las elevadas tensiones residuales compresivas generadas en la capa garantizan su integridad durante los ensayos de tracción, fatiga y desgaste. Estos resultados satisfactorios conllevan a pensar en la posiblidad de utilizar esta superaleación en aplicaciones biomédicas.

ABSTRACT

Thermal oxidation treatment ($1100^{\circ}C$ / 100h) of MA956 produces on the surface a tightly adherent α -alumina scale, about 5 μm thick. The scale/metal system resembles an alumina coated material with the advantage that the coating is generated in situ much more easity than by other conventional processes. In vitro experiments have proved that MA956, with and without the superficial aluminium coating exhibits excellent corrosion resistance significantly lower than thak of metallic biomaterials currently in use. The elevated compressive residual stresses in the scale guarantee its integrity during tensile deformation and tests on fatique and wear. These promising results provides a window of opportunity for preoxidized MA956 to be used in biomedical applications.

1. INTRODUCCIÓN

Los biomateriales se pueden definir en general como sustancias farmacológicamente inertes concebidas para su incorporación en organismos vivos. El desarrollo de biomateriales implica tener en cuenta unas exigencias fundamentales: la adecuada resistencia a las solicitaciones mecánicas de servicio y una buena biocompatibilidad, es decir una capacidad de interaccionar con el organismo hospedador de forma controlable y predecible sin causar efectos tóxicos. Esto exige a su vez una gran estabilidad química en ambientes fisiológicos.

En el ámbito concreto de los biomateriales para osteoplastia, se vienen utilizando fundamentalmente aleaciones metálicas, aleaciones metálicas con un revestimiento cerámico superficial y materiales cerámicos masivos. Se ha comprobado que entre las aleaciones metálicas las de Ti, Co-Cr y el acero 316LVM, causan una mínima reacción en el tejido circundante debido al efecto protector de una capa pasiva que se forma en estos materiales espontáneamente.

Como alternativa a los materiales metálicos, algunos investigadores han venido ensayando a lo largo de los últimos años materiales inertes no metálicos. Así, algunos se han ocupado de la utilización de polímeros reforzados con fibras resistentes de carbón. con la intención de lograr un material elásticamente semejante al tejido óseo. Se han desarrollado también diversos materiales cerámicos, vítreos y vitrocerámicos, todos ellos bioactivos, que forman enlaces químicos con el hueso adyacente y, según se cree, estimulan la neoformación de tejido óseo. Sin embargo, los materiales no metálicos tienen el grave inconveniente de carecer de tenacidad. Su capacidad de absorber deformaciones plásticas es prácticamente nula y por lo tanto son muy susceptibles a la rotura frágil.

En el intento de aunar las ventajas de biocompatibilidad de los materiales no metálicos y la tenacidad de las aleaciones metálicas se continúa actualmenteconlalínea deinvestigación demateriales metálicos revestidos de cerámica, vidrio o vitrocerámica. En este sentido se ha planteado la posibilidad de utilizar como biomaterial para prótesis articulares la superaleación ODS MA956, un acero inoxidable ferrítico Fe-Cr-Al que, sometido a un tratamiento a elevada temperatura, genera en su superficie una delgada capa de alúmina muy compacta. Este recubrimiento cerámico presenta muy buena adherencia y cabe esperar que confiera a dicho material una excelente biocompatibilidad.

El objetivo general de este trabajo es la caracterización mecánica y electroquímica como biomaterial de la superaleación ODS MA956 sometida a un adecuado tratamiento de oxidación superficial.

Señalamos también como propósitos específicos de este trabajo la:

- a) Determinación de las condiciones de tratamiento más adecuadas para la formación de la capa protectora de alúmina en la superficie.
- **b)** Evaluación de la resistencia a la corrosión en medio fisiológico de la aleación tratada en las condiciones seleccionadas.
- c) Evaluación de las características mecánicas esenciales relacionadas con la capacidad del material tratado para soportar las solicitaciones en servicio de las prótesis articulares.

d) Evaluación del comportamiento tribológico del material propuesto, para poder prever el comportamiento de las superficies metálicas que pudieran trabajar en condiciones de deslizamiento relativo.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

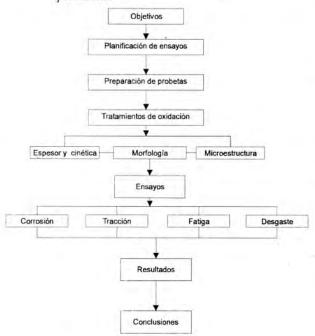
Como ya se ha indicado el objetivo primordial del presente trabajo ha sido la evaluación de la aleación MA956, sometida a un tratamiento de oxidación superficial, como posible biomaterial para prótesis articulares. Esto ha requerido la realización de ensayos de muy diversa naturaleza:

- Tratamientos de oxidación variando el tiempo y temperatura para obtener el espesor óptimo de capa superficial protectora.
- Ensayos electroquímicos comparativos de la superaleación MA956 en medio fisiológico.
- Ensayos mecánicos comparativos de tracción y fatiga por flexión rotativa.
- Ensayos tribológicos mediante una máquina universal de desgaste y a través de un dispositivo de simulación cabeza-cotilo.

Estos ensayos realizados para el estudio del comportamiento de la aleación MA956 tratada como posible biomaterial se han planteado de forma comparativa con respecto a otros biomateriales metálicos convencionales. Así los ensayos electroquímicos de corrosión se han realizado también con Ti-6Al-4V, 35 Co-35Ni-20Cr-10Mo y acero inoxidable 316LVM y los ensayos de caracterización mecánica con la aleación MA956 y el acero 316LVM. Una visión global de las tareas realizadas durante el desarrollo del presente trabajo puede observarse en el diagrama (Fig. 1).



Figura 1. Esquema del Desarrollo del Procedimiento Experimental.



3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Ensayos de Oxidación

Mediante un diseño experimental, variando los tiempos (50 y 150 h) y las temperaturas (1000 y 1250 °C) y posterior observación a través de SEM, EDX y RXD se obtuvieron los siguiente resultados:

A temperaturas que no sobrepasan los 1100 °C, la interfaz alúmina-metal aparece prácticamente libre de defectos y además la superficie del recubrimiento no presenta apenas discontinuidades.

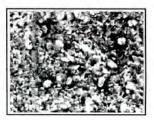
A la temperatura de tratamiento de 1150 °C, comienzan a observarse en las secciones transversales de la capa algunos defectos localizados en la interfaz +con el metal base. Paralelamente en la superficie del recubrimiento empiezan a detectarse pequeñas zonas desprendidas.

A temperaturas de tratamiento de 1200 °C en adelante, aumenta claramente la frecuencia de aparición de los defectos de la capa y a indicados, tanto en la interfaz observada en secciones transversales como en la propia superficie de la misma.

La figura 2 muestra microfotografías obtenidas por SEM de la superficie y sección transversal de probetas de la super aleación MA956 tratadas a 1100 °C durante 100 horas.

Figura 2. Morfología transversal y superficial de la capa de alúmina alfa formada a 1100°C durante 100 horas.

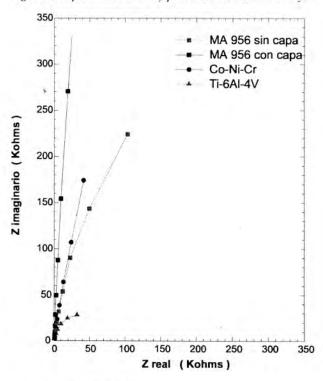




Ensayos electroquímicos

Los resultados obtenidos mediante ensayos comparativos de impedancia electroquímica en solución fisiológica de Hank, muestran el comportamiento capacitivo de la capa protectora de alúmina, lo que garantiza su aislamiento del medio corrosivo fisiológico. La siguiente figura muestra una representación comparativa de Nyquist a los 140 días de ensayo.

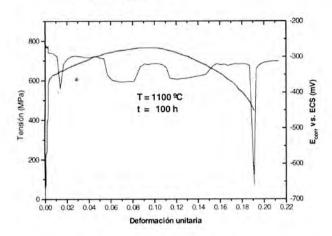
Figura 3. Representación de Nyquist a los 140 días de ensayo.



Ensayos Mecánicos

Se realizaron en primer lugar ensayos de tracción con probetas sumergidas en solución fisiológica, con el objeto de detectar el fallo de la capa cerámica superficial, por medio de la caída brusca del potencial de corrosión. La figura 4 muestra la curva esfuerzo – deformación de uno de los ensayos, mostranto el punto de ruptura de la capa de alúmina.

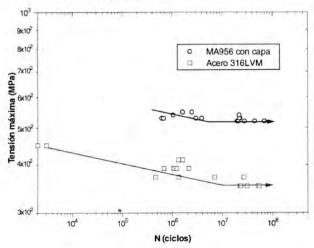
Figura 4. Determinación del fallo de la capa oxidada mediante la caída de potencial.



El ensayo corrobora la adherencia y compacidad de la capa superficial de alúmina, puesto que es capaz de alcanzar deformaciones del 1,4%, valores inimaginables para una alúmina masiva.

Los resultados del ensayo comparativo de flexión rotativa en una máquina Schenk muestran que la superaleación MA956 tiene un límite de fatiga superior en un 44% al de un acero inoxidable 316LVM. La figura 5 muestra los resultados de las curvas S-N respectivas.

Figura 5. Curvas Wholer comparativas entre la aleación MA956 y el acero 316LVM.

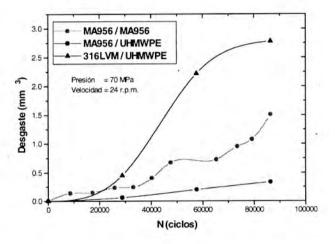


Los resultados permiten afirmar que este material en condiciones de severas solicitaciones dinámicas puede ser capaz de resistir una vida en servicio estimada por encima de los 10 años, sin presentar ningún tipo de fallo.

Ensayos Tribológicos

Los ensayos comparativos realizados con los pares MA956/MA956, MA956/UHWMPE y 316LVM/UHMWPE en una máquina universal AMSLER, utilizando probetas cilíndricas con hueco y una presión de 70 MPa y una velocidad de 30 rpm se observan en la figura 6:

Figura 6. Evolución del desgaste en húmedo para los pares MA956/MA956, MA956/UHWMPE y 316LVM/UHMWPE.



Los resultados indican que para el MA956/ UHMWPE, es decir de la super aleación MA956 como cabeza y el polietileno de ultra alta densidad como cavidad cotiloidea, es la que origina la menor cantidad de partículas de desgaste y además su volumen se encuentra dentro de los límites permisibles en servicio de las prótesis.

HEMEROTECA CENTRAL UNIBG

4. CONCLUSIONES

• El tratamiento idóneo para la generación de la capa de alúmina superficial en la aleación ha resultado ser el de 100 horas a 1100 °C. En estas condiciones se ha obtenido en todos los casos un recubrimiento de alúmina - compacto, adherente, libre de ampollamiento, con un espesor adecuado y con una interfaz sin soluciones de continuidad.

- Por técnicas electroquímicas se ha corroborado la inercia química, compacidad y adherencia de la capa de alúmina formada en las condiciones de tratamiento seleccionadas. El grado de protección es tan elevado que la medida de la resistencia a la corrosión, en la mayoría de los casos, escapa a la sensibilidad de los aparatos de medida, del orden de 1 nA.
- La resistencia a la corrosión de la aleación MA956 con capa de alúmina, es claramente superior, incluso en 3 ó más órdenes de magnitud, a la de los biomateriales metálicos ensayados utilizados hoy en día.
- Los ensayos mecánicos realizados permiten afirmar que la presencia de la capa superficial no modifica el comportamiento del material bajo solicitaciones de tracción uniaxial estática, y que el material se caracteriza por una elevada resistencia y ductilidad.
- La capa de alúmina superficial generada soporta sin deterioro unos alargamientos que sobrepasan ampliamente cualquier deformación en servicio, como se ha comprobado a través de los ensayos mecánicos y electroquímicos.

- El biomaterial propuesto puede soportar condiciones severas de solicitación dinámica superando los 10 años de vida en servicio sin riesgo de fallo. Su límite de duración en condiciones de fatiga supera ampliamente el del acero 316LVM. La presencia de la capa provoca una ligera reducción de la carga límite respecto al material sin capa.
- La comparación entre los resultados de los ensayos de desgaste realizados con el par MA956/UHMWPE y con el par 316LVM/UHMWPE indica un mejor comportamiento del material propuesto frente a solicitaciones severas de abrasión en presencia de solución fisiológica.
- La aleación MA956 con el indicado tratamiento de oxidación superficial presenta unas características mecánicas, de resistencia a la corrosión y de resistencia al desgaste que satisfacen plenamente los requerimientos de los biomateriales metálicos. Por todo ello se concluye que este material desde el punto de vista mecánico y electroquímico puede ser utilizado como material protésico osteoarticular.

5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ESCUDERO M.L., Corrosión in vitro e in vivo de las prótesis mixtas acero inoxidable-cerámica, Tesis doctoral, Universidad Autónoma de Madrid, abril, 1985:59.
- **ESCUDERO M.L., RUIZ J. y col.**, In vivo measurement of electrical parameters with alumina-covered stainless steel electrodes, *Biomaterials*, 1986;7:197-200.
- ESCUDERO M.L., GONZALEZ J.A. y RUIZ J., Comportamiento frente a la corrosión del acero inoxidable recubierto de alúmina como material para prótesis, *Rev. Metal. Madrid*, 1986;22:36-41.
- **ESCUDERO M.L. y col.**, In vitro corrosion behaviour of ceramic sprayed stainless steel prostheses, *Br. Corros. J.*, 1987;22:181-84.
- **ESCUDERO M.L., GONZALEZ J.A. y RUIZ J.,** The repassivation capacity of stainless steel -ceramic prostheses, *Werkst. Korros*, 39, 1988:364-69.
- ESCUDERO M.L. y col., In vitro corrosion behaviour of MA 956 superalloy, *Biomaterials*, 1994; 15: 1175-80.

- ESCUDERO M.L. y col., Electrochemical impedance spectroscopy of preoxidized MA 956 superalloy during in vitro experiments, *Biomaterials*, 1995; 16: 735-740.
- ESCUDERO M. L. y CANAHUA L. H., A comparative study of the corrosion behaviour of MA 956 and conventional metallic biomaterials, J. Biomed. Mat. Res., 1996; 31:313-317.
- FELIU S. y ANDRADE M.C., Corrosión y protección metálicas, Vol. I., Fundamentos teóricos de la corrosión, CSIC, 1991:3-25.
- GARCÍA ALONSO M.C., Cinética de oxidación y comportamiento frente a la corrosión de la superaleación MA 956, Tesis doctoral, Universidad Autónoma de Madrid, 1997.
- HARRIS B., Corrosion of stainless steel surgical implant, J. of Medical Eng. and Tech., 1979;3:117-22.
- **HAYASHI K. y col.**, Evaluation of metal implants coated with several types of ceramics as biomaterials, *J. Biomed. Mater. Res.*, 1989; 23:1247-59.