

**COMPORTAMIENTO AL DESGASTE DEL SISTEMA TRIBOLÓGICO
UHMWPE-AISI 316L MODIFICADO SUPERFICIALMENTE MEDIANTE
NITRURACIÓN IÓNICA DC-PULSADA**

E. Perez¹, L. Pazos¹, E. De Las Heras¹, B. Parodi¹, L. Lebedev¹

¹ Grupo Biomateriales, Centro de Investigación y Desarrollo en Mecánica, Instituto Nacional de Tecnología Industrial, Av. Gral. Paz 5445, B1650WAB, San Martín, Buenos Aires, Argentina.
Tel.: (54 11) 4724-6297
e-mail: g-bio@inti.gov.ar

Palabras claves: desgaste, UHMWPE, AISI 316L, nitruración iónica, reemplazo total de cadera.

RESUMEN

El desgaste generado en las superficies que se encuentran en movimiento relativo en reemplazos totales de cadera (THR – Total Hip Replecement), representa uno de los factores que puede inducir la reducción de la vida útil de dichos implantes. Este fenómeno, puede verse afectado por la biomecánica de la cadera, por factores biológicos del paciente, como así también por las características de superficie de los materiales que conforman la articulación. Una de las alternativas aplicadas para disminuir el desgaste son los tratamientos de superficie. En este sentido, los tratamientos asistidos por plasma al encontrarse dentro de las denominadas tecnologías limpias, representan una alternativa atractiva para aplicaciones biomédicas.

En este trabajo se utilizó UHMWPE-AISI 316L como sistema tribológico. La superficie de las muestras de acero inoxidable austenítico fue modificada mediante un tratamiento de nitruración iónica DC-pulsada. Se utilizó una condición sin tratamiento como referencia. Los ensayos de desgaste se realizaron en una máquina Amsler Tipo A-135. La configuración de la máquina y las dimensiones de las probetas fueron ajustadas para aproximar el ciclo de carga correspondiente a la condición de caminata normal. La presión media fue 3MPa y la presión pico fue 4,5MPa, los ensayos se realizaron a una frecuencia de 1,2Hz. El sistema fue ensayado en dos medios: agua desionizada y solución salina, ambos a 37°C.

A partir de los ensayos se obtuvieron las tasas de desgaste para cada condición de superficie y los espectros de infrarrojo (FTIR) de las muestras poliméricas ensayadas, a fin de evaluar la degradación de las mismas. Finalmente, los sistemas tribológicos con tratamiento de nitruración presentaron una resistencia al desgaste superior, independientemente del lubricante utilizado.

1. INTRODUCCIÓN

Los reemplazos totales de cadera (THR – Total Hip Replecement) se encuentran sometidos a un complejo sistema de sollicitaciones físicas, químicas y mecánicas, asociado a la biomecánica de la cadera y, a factores biológicos del paciente, entre otras. [1,2]. La respuesta a estas sollicitaciones se refleja en el comportamiento frente al desgaste, la resistencia a la corrosión, la resistencia a la fatiga, etc. de las prótesis.

Una de las combinaciones de materiales más utilizadas en THR, consiste en un componente femoral de acero AISI 316L, que articula contra un componente acetabular de polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE). Entre las principales causas de fracaso de los THR se encuentra la pérdida de fijación del implante. La pérdida de fijación se ha relacionado con reacciones biológicas producidas en los tejidos (inflamación de los tejidos, osteólisis), las cuales ocurren ante la presencia de partículas de desgaste de UHMWPE [1,3]. En este sentido, dado que la ocurrencia y severidad de la osteólisis estaría relacionada con el número y el tamaño de las partículas de debris, se entiende que reduciendo la cantidad y la tasa de generación de partículas de desgaste se debería disminuir la probabilidad de pérdida de fijación a largo plazo [3]. Con el objeto de mejorar este comportamiento se estudia la aplicación de distintos tratamientos de superficie [2,4-6].

Existe gran variedad de tratamientos de superficie que pueden utilizarse sobre el acero AISI 316L para mejorar su comportamiento al desgaste, entre ellos se destacan los tratamientos asistidos por plasma [5], siendo uno de ellos la nitruración iónica [6,7].

Para evaluar el efecto de estas modificaciones superficiales en el comportamiento al desgaste y predecir el desempeño clínico es aconsejable realizar ensayos que representen las condiciones a las cuales se encontrarán sometidos los implantes tratados. Por esta razón, mediante estudios biomecánicos de caderas se cuantifican, utilizando mediciones in vivo o técnicas de simulación, la magnitud de las cargas aplicadas sobre la superficie de contacto de la cabeza femoral, su dirección y variación en el tiempo [8], la velocidad con que se desarrollan las diferentes actividades diarias y la duración y frecuencia con que estas se repiten a lo largo del día. Se definen como actividades diarias; subir y bajar escaleras, sentarse, pararse, la caminata a velocidad normal, rápida y lenta, etc. [8-11], siendo la caminata a velocidad normal la actividad que se presenta con mayor frecuencia [10,12]. Además de los factores antes detallados, se analizan las presiones de contacto, áreas de contacto real, velocidad de deslizamiento y elevación de la temperatura en la zona de contacto para las diferentes actividades antes mencionadas [10,11].

Algunos autores indican que la cinemática de un THR difiere de la cinemática de una cadera sana. En principio, debido a la ausencia de los ligamentos de la cabeza femoral y de los cartílagos del acetábulo, se induciría una micro-separación entre ambos componentes durante la caminata a velocidad normal, generándose micro-impacto [13,14].

Por otra parte, en referencia al implante, se pueden citar los siguientes parámetros que también afectan el comportamiento al desgaste; el diámetro de la cabeza femoral y acetábulo, la fijación del acetábulo, el juego radial (clearance) entre componentes y la terminación superficial [15,16].

El presente trabajo representa una primera etapa de estudio para evaluar la influencia de la nitruración iónica DC-pulsada realizada sobre AISI 316L, en el comportamiento al desgaste del sistema UHMWPE-AISI 316L utilizando una máquina de desgaste del tipo AMSLER adaptada para representar el ciclo de carga durante una caminata normal.

2 MATERIALES Y METODOS

2.1. Sistema tribológico

El sistema estudiado fue UHMWPE-AISI 316L en el cual se utilizaron dos condiciones de superficie diferentes para el componente de AISI 316L. Dichas condiciones superficiales fueron:

- acabado superficial obtenido del proceso de rectificado, identificada como Sin Nitrurar (SN).
- tratamiento termoquímico de nitruración iónica DC-pulsada, identificada como Nitrurado (N).

La condición Sin Nitrurar fue utilizada como referencia. El tratamiento de nitruración iónica fue realizado en un reactor industrial. En forma previa a la nitruración, las muestras fueron limpiadas superficialmente mediante sputtering durante 3 h usando una mezcla de 50 % Ar + 50 % H₂. Las condiciones de nitruración fueron las siguientes: tiempo: 20h; Temp.: 400°C; Presión: 6.5hPa; Atm.: 75%H₂+25%N₂; Tensión: 700V; Pulso on/off: 70-200μs; Densidad de corriente: ~1A.cm⁻². El análisis microestructural, fases presentes, morfología, etc. de las muestras nitruradas fueron estudiadas previamente [7,17].

2.2. Ensayo de desgaste

2.2.1. Ciclo de carga

Los ensayos de desgaste fueron realizados en una máquina Amsler Tipo A-135. Se combinaron convenientemente la carga utilizada, los movimientos y la geometría de las muestras ensayadas con el fin de obtener un ciclo de carga

aproximado al que se desarrolla en un implante de cadera durante la caminata a velocidad normal. La máquina Amsler Tipo A-135 consta de dos ejes alineados sobre los cuales se acoplan las muestras a ensayar. En la Figura 1 se presenta la disposición y dimensiones de las muestras ensayadas. La muestra superior corresponde al componente de UHMWPE y la muestra inferior al componente de AISI 316L. Se indica mediante flechas los movimientos realizados por las probetas y el ingreso del fluido lubricante.

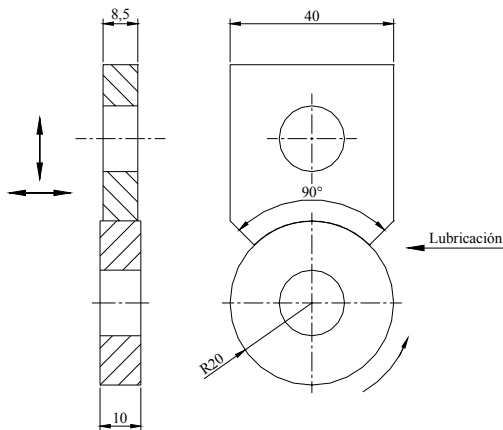


Figura 1. Disposición esquemática de las probetas durante el ensayo.

La muestra montada sobre el eje inferior gira a velocidad constante. La muestra superior realiza dos desplazamientos (horizontal y vertical), los cuales están controlados por dos levas con excentricidad variable. El movimiento horizontal provoca una disminución del área de contacto entre muestras, produciendo consecuentemente una elevación de la presión de contacto (Figura 2b). El movimiento vertical permite la separación total de las muestras durante el ensayo (Figura 2c). Variando la amplitud del movimiento horizontal se regulan los valores máximo y mínimo de área de contacto entre muestras. La regulación del movimiento vertical permite el control del tiempo de separación total entre muestras. La carga inicial actuante en la superficie de contacto se regula mediante un resorte.

A partir de la carga aplicada y del área de contacto se calcula el ciclo de presión media de contacto. Obteniéndose una presión media de 3MPa y una presión pico de 4,5MPa. En el ciclo se introduce un período de micro-separación entre muestras, la cual fue de 1mm. Tanto los valores de presión, su variación a lo largo del ciclo y la micro-separación fueron adoptados en base a lo reportado en la bibliografía [8,10].

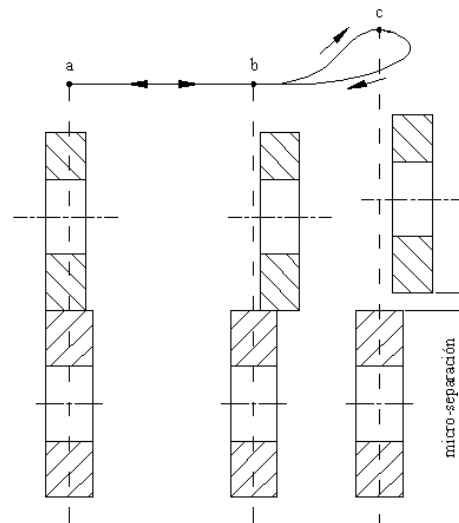


Figura 2. Esquema de la variación de la posición relativa de las probetas durante un ciclo. a) Posición inicial, b) elevación de la presión de contacto por reducción del área, c) micro-separación.

En la Figura 3 se muestra la variación de la presión de contacto durante un ciclo de carga. El descenso abrupto de la presión de contacto corresponde al inicio de la etapa de micro-separación.

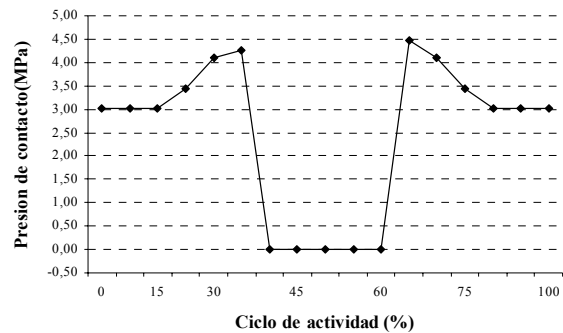


Figura 3. Variación de la presión de contacto durante un ciclo.

La frecuencia del ciclo de carga fue 1,2Hz, mientras que la velocidad de giro de la muestra de AISI 316L fue 50RPM.

2.2.2. Pérdida en peso

El ensayo de cada par de muestras tuvo una duración promedio de 4×10^5 ciclos y fue interrumpido cada 1×10^5 ciclos para conocer la variación de la pérdida en peso durante el ensayo. En cada una de las paradas las muestras fueron limpiadas en ultrasonido con alcohol etílico durante 5 minutos, secadas con aire y pesadas en una balanza electrónica Mettler AB 204 (0,0001g).

2.2.3. Lubricación

La lubricación fue realizada mediante circuito cerrado y bajo temperatura controlada a $37\pm 1^\circ\text{C}$. Se utilizaron dos lubricantes, agua desionizada (A) y solución salina con una concentración de 9g/l (B), en base a la norma IRAM 9422-4 [18].

2.3. Rugosidad de las superficies

Se utilizó un perfilómetro de contacto Taylor Hobson modelo Surtonic 3+ para caracterizar la rugosidad de las superficies antes de ser ensayadas. El parámetro de rugosidad utilizado fue la Rugosidad Media (Ra).

2.4. Espectros FTIR

Se evaluó la degradación del material polimérico a través de Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR). Para obtener los espectros se utilizó un equipo Thermo NICOLET 5700 en modo ATR (Reflectancia Total Atenuada). Los espectros se obtuvieron de las muestras ensayadas con el lubricante más severo (solución salina). Los resultados se compararon con una muestra de UHMWPE sin ensayar.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos muestran que, para todas las condiciones ensayadas, las muestras de UHMWPE fueron las únicas que evidenciaron pérdida en peso apreciable luego de ser ensayadas. Las muestras de AISI 316L Sin Nitrurar y Nitrurado, no evidenciaron pérdida en peso, lo cual es acorde con lo reportado en la bibliografía [19].

En la Figura 4 se presentan las curvas de Pérdida en Peso obtenidas de las muestras de UHMWPE ensayadas contra AISI 316L Sin Nitrurar y Nitrurado, para ambos lubricantes. En todos los casos, la línea de tendencia se aproximó a través de una función polinómica de tercer orden.

En ambos casos, las muestras poliméricas ensayadas contra 316L Nitrurado, presentaron un mejor comportamiento al desgaste respecto a la condición sin tratamiento, siendo esto independiente del lubricante utilizado. Por otro lado, es posible diferenciar que el lubricante influyó en la forma de la curva, destacándose que, para un mismo lubricante, las curvas presentan tendencias semejantes, independientemente de la condición de superficie ensayada. Asimismo, la pérdida en peso de las muestras ensayadas en solución salina, fue mayor que la obtenida para las muestras ensayadas en agua desionizada.

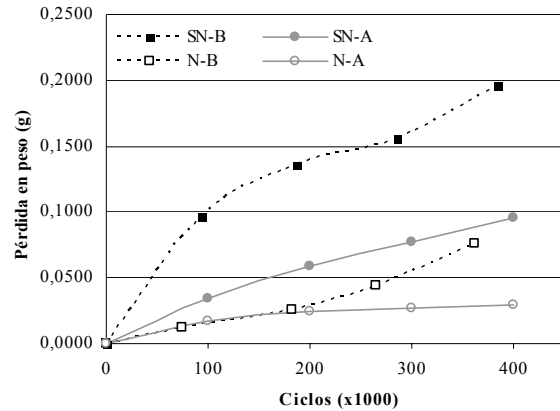


Figura 4. Pérdida en peso de UHMWPE ensayado: en agua desionizada contra AISI 316L Sin Nitrurar (SN-A) y Nitrurado (N-A); en solución salina contra AISI 316L Sin Nitrurar (SN-B) y Nitrurado (N-B).

La Figura 5 muestra las tasas de desgaste calculadas para las condiciones en estudio. En esta figura es posible apreciar el efecto de la nitruración.

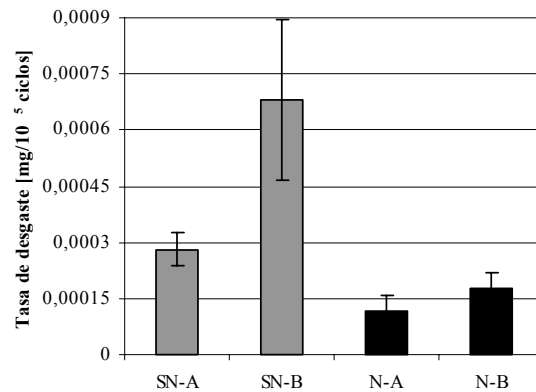


Figura 5. Tasas de desgaste del UHMWPE en función del tratamiento de la muestra de AISI 316L y del lubricante utilizado.

La tasa de desgaste de las probetas de UHMWPE ensayadas contra AISI 316L Nitrurado fue, respecto a la condición Sin Nitrurar, aproximadamente 2,5 veces menor para lubricación con agua desionizada y 4 veces menor para el ensayo realizado con solución salina.

La mejora observada en el desempeño del tribosistema UHMWPE-AISI 316L Nitrurado, podría relacionarse con el aumento de dureza de la superficie metálica ($SN = 170\text{HV}_{0,03\text{N}}$; $N \cong 1200\text{HV}_{0,03\text{N}}$) [7]. En este sentido, se ha reportado que el UHMWPE presenta un mejor comportamiento al desgaste ante un aumento de dureza de la superficie contra la cual es ensayado [20].

En la Tabla I se indican los valores de Rugosidad Media iniciales obtenidos en las muestras de

UHMWPE y de 316L Sin Nitrurar y Nitrurado. Se observa que la superficie nitrurada presentó mayor rugosidad superficial, que la superficie de AISI 316L Sin Nitrurar. Según la bibliografía, el aumento de la rugosidad superficial puede conducir a un aumento de la tasa de desgaste del UHMWPE [4,16]. Sin embargo, este efecto no se vio reflejado en los resultados del presente trabajo.

Tabla I. Rugosidad Media de las superficies en estudio antes de ser ensayadas.

Superficie	Ra inicial(μm)
UHMWPE	4,97 \pm 0,47
AISI 316L (Sin Nitrurar)	0,67 \pm 0,07
AISI 316L (Nitrurado)	0,91 \pm 0,01

En la Figura 6 se muestran los espectros de FTIR obtenidos de las muestras poliméricas ensayadas en solución salina.

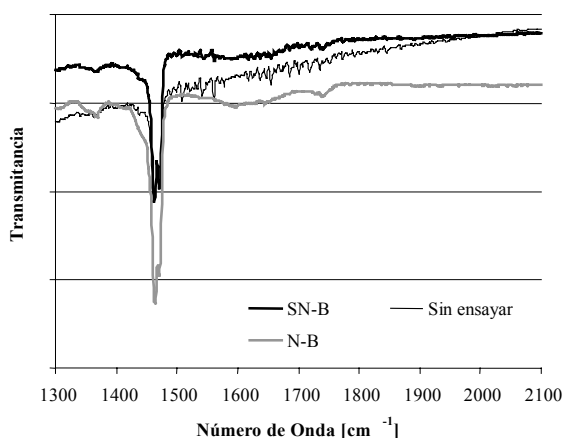


Figura 6. Espectro FTIR obtenido para las muestras de UHMWPE ensayadas en solución salina.

Sin bien el sistema de esterilización y el proceso de conformado son las causas de degradación del UHMWPE más estudiadas [21], la condición de carga, la velocidad de deslizamiento, el lubricante, la temperatura, etc., podrían afectar la integridad del polímero durante el ensayo de desgaste [22]. Comparando los espectros obtenidos de las muestras ensayadas con la muestra sin ensayar, no se observó ningún indicio que pudiera asociarse a grupos funcionales característicos de la oxidación del UHMWPE.

Finalmente, el comportamiento al desgaste obtenido estaría controlado por las características de superficie de las muestras metálicas, en las cuales el aumento de dureza superficial jugaría un rol preponderante.

4. CONCLUSIONES

De esta primera etapa se desprenden las siguientes conclusiones:

- Se realizaron ensayos de desgaste en una máquina Amsler, con la cual se pudo aproximar el ciclo de carga para una condición de caminata normal. De esta manera, se consiguió ampliar el espectro de utilización de la máquina.
- Los sistemas tribológicos con muestras nitruradas presentaron mejor comportamiento al desgaste que la condición de referencia y la mejora fue independiente del lubricante.
- La comprensión de los mecanismos de desgaste actuantes demanda profundizar el estudio de las superficies de desgaste, las partículas de desgaste, etc. Asimismo, sería conveniente realizar mayor cantidad de ciclos por ensayo.
- La influencia del lubricante en la pérdida en peso del UHMWPE sugiere la necesidad de realizar ensayos en un medio que represente mejor aún las condiciones reales a las que estarían sometidos los THR.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores del trabajo quieren agradecer la colaboración de INTI-Plásticos, por los espectros de FTIR realizados. A Implantes FICO[®], por la donación de las probetas de UHMWPE, y a IONAR S.A. por la realización de los tratamientos de nitruración.

6. REFERENCIAS

- [1] Jin, Z.M., Stone, M., Ingham, E. y Fisher, J., *Current Orthopaedics*, 20 (2006) 32-40.
- [2] Liu, C., Bi, Q., y Matthews, A., *Surf. & Coat. Tech.*, 163-164 (2003) 597-604.
- [3] Tipper, J.L., Firkins, P.J., Besong, A.A., Barbour, P.S.M., Nevelos, J., Stone, M.H., Ingahn, E., y Fisher, J., *Wear*, 250 (2001) 120-128.
- [4] Gispert, M.P., Serro, A.P., Colaço, R., Pires, E., y Saramago, B., *Wear*, 263 (2007) 1060-1065.
- [5] Hoseini, M., Jedenmaln, A., y Boldizar, A., *Wear*, 264 (2008) 958-966.
- [6] Rahman, M., Duggan, P., Dowling, D.P., y Hashmi, M.S.J., *Surface & Coatings Technology*, 201 (2007) 5310-5317.
- [7] De Las Heras, E., Egidi, D.A., Corengia, P., González-Santamaría, D., García-Luis, A., Brizuela, M., López, G.A., y Flores Martínez, M., *Surface & Coatings Technology*, 202 (2008) 2945-2954.
- [8] Bergmann, G., Deuertzbacher, G., Heller, M., Graichen, F., Rohlmann, A., Strauss, J., y Duda, G.N., *J. Biomech.*, 34 (2001) 859-871.
- [9] Wu, G., *J. Biomech.*, 33 (2000) 1497-1500.

- [10] Morlock, M., Schneider, E., Bluhm, A., Vollmer, M., Bergmann, G., Müller, V., y Honl, M., *J. Biomech.*, 34 (2001) 873-881.
- [11] Yoshida, H., Faust, A., Wickens, J., Kitagawa, M., Fetto, J., y Chao, E.Y.S., *J. Biomech.*, 39 (2006) 1996-2004.
- [12] Najafí, B., Aminian, K., Paraschiv-Ionescu, A., Loew, F., Büla, C.J., y Robert, P., *IEEE transactions on Biomedical Engineering*, vol. 50, N°6, June 2003.
- [13] Ortega-Sáenz, J.A., y Hernández-Rodríguez, M.A.L., *Wear*, 263 (2007) 1527-1532.
- [14] Dennis, D.A., Komistek, R.D., Northcut, E.J., y Ochoa, J.A., *J. Biomech.*, 34 (2001) 623-629.
- [15] Fialho, J.C., Fernandes, P.R., Eça, L., y Folgado, J., *J. Biomech.*, 40 (2007) 2358-2366.
- [16] Bowsher, J.G., y Shelton, J.C., *Wear*, 250 (2001) 167-179.
- [17] De Las Heras, E., González Santamaría, D., García-Luis, A., Cabo, A., Brizuela, M., Ybarra, G., Mingolo N., Brühl, S., y Corengia, P., *Plasma Process. Polym.* 4 (2007) S741–S745.
- [18] IRAM 9422-4, Implantes quirúrgicos. Prótesis parciales y totales para la articulación de la cadera. Parte 4: Determinación de las propiedades de fatiga de las partes femorales con vástago, con aplicación de torsión.
- [19] Banchet, V., Fridrici, V., Abry, J.C., y Kapsa, Ph., *Wear*, 263 (2007) 1066-1071.
- [20] Saklakoğlu, N., Saklakoğlu, I.E., Short, K.T., y Collins, G.A., *Wear*, 261 (2006) 264-268.
- [21] Costa, L., Luda, M.P., Trossarelli, L., Brach del Prever, E.M., Crova, M., y Gallirano, P., *Biomaterials*, 19 (1998) 659-668.
- [22] Costa, L., Luda, M.P. y Trossarelli, L., *Polymer Degradation and Stability*, 55 (1997) 329-338.