

## COMPORTAMIENTO AL DESGASTE Y A LA CORROSIÓN DE UN ACERO INOXIDABLE MARTENSÍTICO CON RECUBRIMIENTOS MONO Y MULTICAPA PARA USO EN HERRAMENTAL QUIRURGICO

**L. Pazos**<sup>(1)</sup>, **M. Flores Martinez**<sup>(2)</sup>, **E. De Las Heras**<sup>(1)</sup>, **J.J. García Pérez**<sup>(2)</sup>

(1) Laboratorio Biomateriales, Centro de Investigación y Desarrollo en Mecánica, Instituto Nacional de Tecnología Industrial, ARGENTINA.

(2) Centro de Investigación en Materiales, DIP-CUCEI, Universidad de Guadalajara, MEXICO.

E-mail: [g-bio@inti.gov.ar](mailto:g-bio@inti.gov.ar)

### RESUMEN

*Los aceros destinados a la fabricación de herramienta quirúrgica deben satisfacer, no sólo los esfuerzos mecánicos a las que se encuentran sometidos, sino también responder a las características indispensables de un biomaterial, tales como biocompatibilidad, resistencia a la corrosión, propiedades mecánicas adecuadas, bajo coeficiente de fricción y resistencia al galling, entre otras. Algunos de los aceros inoxidable martensíticos, (como AISI 420, 440), contemplan dichos aspectos. Sin embargo, el principal inconveniente que presentan estos materiales es la baja resistencia a la fatiga y al desgaste, como así también, en algunos casos, puede verse perjudicada la resistencia a la corrosión a partir de las consecutivas o inapropiadas esterilizaciones. Es por ello, que con el objetivo de mejorar dichas propiedades se encuentra en estudio la factibilidad de aplicar tratamientos de superficies que permitan endurecer la superficie (con su consecuente mejora a la fatiga y al desgaste, como así también generar barreras físicas para mejorar su comportamiento a la corrosión).*

*En este trabajo se utilizó un acero inoxidable martensítico, denominado comercialmente M340. La superficie de las muestras fue modificada mediante recubrimientos mono y multicapa (TiN/Ti) por medio de la técnica de PAPVD. Las muestras fueron sometidas a ensayos de desgaste del tipo reciprocating utilizando una bolilla de acero inoxidable 440C y cargas normales de 5 y 10 N. La corrosión fue evaluada en una solución de Ringer.*

*A partir de los ensayos se obtuvieron los coeficientes de fricción para cada condición de superficie. Las huellas de desgaste fueron analizadas por medio de SEM de forma de evaluar los principales mecanismos de desgaste actuantes.*

*De los resultados obtenidos se desprende que las muestras tratadas presentaron menor coeficiente de fricción que las muestras sin tratar. El aumento de la carga de ensayo no modificó significativamente el coeficiente de fricción para las muestras recubiertas. El mecanismo de desgaste actuante fue principalmente adhesión para las muestras sin tratar, mono y multicapa. El ensayo de corrosión mostró que la realización de recubrimientos monocapa y multicapas, mejora la resistencia a la corrosión del material.*

**Tópico:** Tópico 2: Materiales metálicos

**Palabras claves:** desgaste, corrosión, recubrimiento, acero inoxidable

## 1. INTRODUCCIÓN

Los aceros destinados a la fabricación de herramienta quirúrgica deben satisfacer, no sólo los esfuerzos mecánicos a las que se encuentran sometidos, sino también responder a las características indispensables de un biomaterial, tales como biocompatibilidad, resistencia a la corrosión, propiedades mecánicas apropiadas, bajo coeficiente de fricción y resistencia al galling, entre otras [1,2]. Por ello, la normativa vigente para productos destinados al área médica [3], recomienda utilizar ciertos aceros para la manufactura de instrumental quirúrgico, entre los que se destacan: 303 (acero inoxidable austenítico), 420 Mod, 440A, 440B, 440C (acero inoxidable martensítico) y XM-16 (aceros endurecibles por precipitado). Si bien los citados materiales son aptos para la fabricación de herramienta quirúrgica, el principal inconveniente que presentan estos productos es la baja resistencia a la fatiga y al desgaste (como así también, en algunos casos, puede verse perjudicada la resistencia a la corrosión a partir de las consecutivas o inapropiadas esterilizaciones). Es por ello, que con el objetivo de mejorar dichas propiedades se encuentra en estudio la factibilidad de aplicar tratamientos de superficies que permitan endurecer la superficie, con su consecuente mejora a la fatiga y al desgaste, como así también generar barreras físicas para mejorar su comportamiento a la corrosión [4,5].

Estudios previos han mostrado que la utilización de recubrimientos duros, tales como los aplicados en otras áreas (ej.: metalmecánica) pueden aportar mejoras en las citadas propiedades. Los recubrimientos por PVD proveen una óptima performance y estética siendo utilizados actualmente para aceros inoxidables de la serie 300, 400 y endurecidos por precipitación. Los beneficios de los recubrimientos por PVD, en adición a la elevada dureza y resistencia al desgaste, son: i) retención del borde de corte, ii) fácil detección del desgaste y de los cambios dimensionales, iii) biocompatibilidad, iv) reducción de necrosis de las células del tejido óseo, v) reducción de reflejo, y vi) posibilidad de otorgar colores al herramienta permitiendo distinguir rápidamente tipos de herramientas y aportando además estética [6,7].

Además, de las propiedades citadas, los recubrimientos permitirían reducir el coeficiente de fricción, siendo de gran importancia para herramientas como brocas y fresas, ya que estas podrían provocar necrosis de las células del tejido óseo [1,2] por medio de la elevada temperatura generada durante la fricción del hueso con el herramienta girando a velocidad.

En el presente trabajo, se estudió la resistencia a la corrosión y el efecto de la carga en los CoF de fricción de un acero inoxidable martensítico con recubrimientos monocapa TiN y multicapa de TiN/Ti obtenidos por la técnica de PAPVD.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 2.1 Material

El material utilizado fue un acero inoxidable martensítico denominado comercialmente M340 (C:0,54%, Mn:0,40%, Si:0,45%, Cr:17,30%, V:0,10%, Mo:1,10%, Fe:Balance). El material fue templado y revenido ( $T_{\text{aceite}}$ : 1022°C-1h, R: 450°C-2h) para alcanzar una dureza de 55HRC. Se utilizaron muestras planas de 25x32x6 mm, las cuales fueron desbastadas hasta papel de lija #1000 y pulidas con alúmina 1µm. Sobre estas muestras se obtuvieron recubrimientos monocapa de TiN y multicapa de Ti/TiN por la técnica de PAPVD utilizando las condiciones de proceso reportadas anteriormente [8]. Los espesores y la rugosidad media fueron medidos utilizando un perfilómetro Dektak 150. Las muestras con recubrimientos monocapa se denominaron M340-Mo, mientras que las muestras con recubrimiento multicapas se denominaron M340-Mu. Se utilizaron muestras pulidas sin recubrimiento como referencia, las cuales fueron denominadas M340-P.

### 2.2 Ensayo de desgaste tipo recíprocante

Se realizaron ensayos de desgaste del tipo recíprocante utilizando un microtribómetro CETR UMT-2. La contraparte utilizada fueron bolillas de acero AISI 440C (52 HRC) de diámetro 6,35mm (1/4"). La frecuencia de ensayo fue 5 Hz y longitud de deslizamiento fue 10 mm. Los ensayos se interrumpieron a los 60 m (10 minutos). Se utilizaron dos condiciones de carga 5 N y 10 N. Por cada condición de superficie y de carga se realizaron tres ensayos. Se colectó el *wear debris* al finalizar cada ensayo. A partir de los ensayos de desgaste se obtuvieron los CoF's. Por cada huella se realizaron tres mediciones (nueve mediciones por condición).

Se caracterizaron las huellas de desgaste y el *wear debris* utilizando un microscopio electrónico de barrido Philips SEM 505 y una sonda dispersiva en energías EDAX acoplada al mismo.

### 2.3 Mediciones electroquímicas

El comportamiento a la corrosión fue evaluado por métodos electroquímicos. Las mediciones fueron realizadas con un Potenciostato EG&G PAR 273A usando un celda convencional de tres electrodos. Se utilizó una solución de Ringer. El contra electrodo fue una lámina de Pt y todos los potenciales fueron medidos contra un electrodo de calomel saturado (SCE). Las curvas potenciodinámicas fueron obtenidas a una velocidad de barrido de 1mV/s, comenzando desde un potencial de -1,00V en dirección anódica hasta obtener un valor de densidad de corriente de 1 mA cm<sup>-2</sup>.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 1 presenta las curvas CoF vs. Tiempo para las muestras ensayadas a 5N. Las condiciones de superficie presentaron comportamientos diferentes.

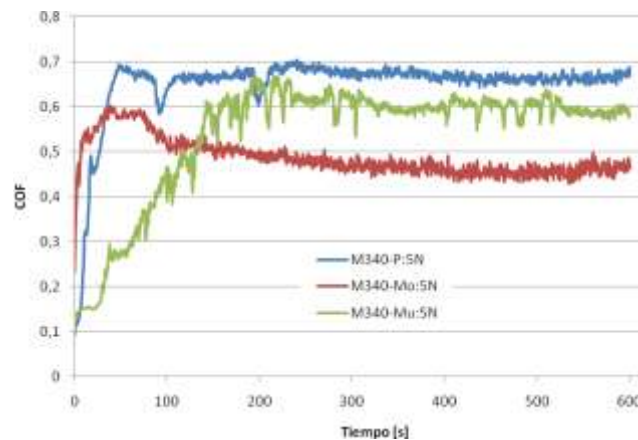
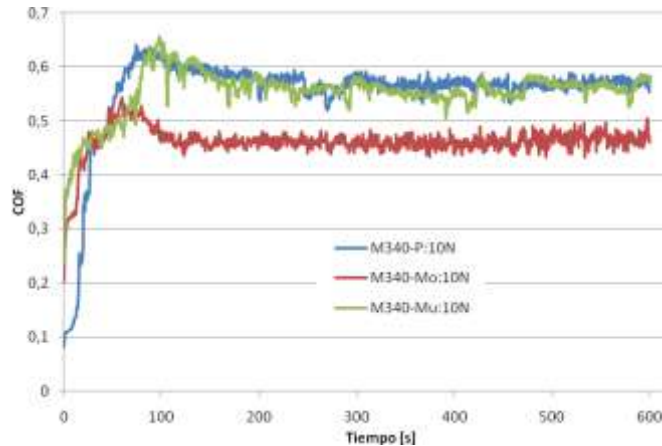


Figura 1. Curvas CoF vs. Tiempo obtenidas a 5N

Las muestras M340-P presentaron el CoF más elevado. La etapa inicial (*running-in*) comenzó desde un valor de 0,10 y duró alrededor de 50s, para luego mantenerse (*steady state*) en un valor aproximado de 0,67. Durante el *running-in*, se puede observar un descenso brusco en el CoF (~25 s), el cual se repite a los ~100 y ~200s. Este hecho estaría asociado a la adhesión de partículas de desgaste. El hecho que el CoF comience desde valores tan bajos podría deberse al bajo valor de rugosidad superficial de la muestra que demora la formación de *debris* y el calentamiento local, retrasando el daño por abrasión y adhesión. Para las muestras M340-Mo se obtuvo el menor valor de CoF (~0,45). En este caso, el *running-in* comienza en valores de CoF de 0,23 creciendo en forma abrupta hasta alcanzar un valor máximo de 0,6 a los 40-50s, para luego descender y mantenerse (*steady state*) en el valor aproximado de 0,45. Este crecimiento abrupto estaría asociado a la formación prematura de *debris*, mientras que el descenso durante el *steady state* se puede atribuir a la acumulación de *debris* en la zona de contacto [9]. No se observan descensos bruscos del CoF. Las muestras M340-Mu, evidenciaron un *running-in* en el cual el CoF crece en forma escalonada durante los primeros 200s hasta alcanzar el valor de 0,6 en el cual se mantiene. Este crecimiento escalonado estaría asociado al deterioro progresivo de la multicapa, debido a que la mayor capacidad de deformarse plásticamente en relación con la monocapa, retrasarían el colapso de la multicapa y la generación de *debris*. Asimismo, es posible distinguir a lo largo de toda la curva transiciones abruptas que estarían asociadas al mecanismo de adhesión.

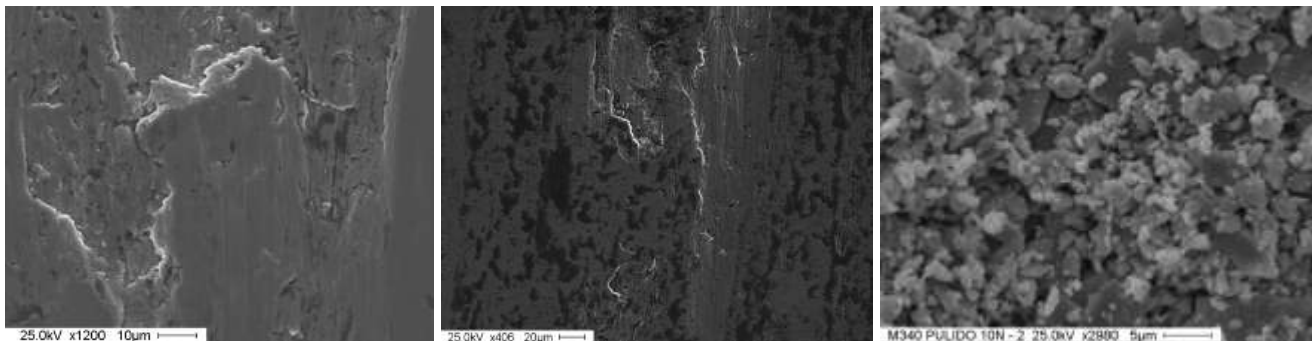
En la Figura 2 se muestran las curvas CoF vs. Tiempo para las muestras ensayadas a 10N.



**Figura 2.** Curvas CoF vs. Tiempo obtenidas a 10N

A mayores cargas, las muestras M340-P presentaron un CoF de  $\sim 0,57$ . Para estas muestras también se observaron transiciones abruptas que estarían asociadas a un mecanismo de adhesión. El *running-in* presenta un pico a los 80s de  $\sim 0,63$ . Para las muestras M340-Mo el aumento de carga no modificó el valor de CoF alcanzado ( $\sim 0,45$ ), sin embargo, durante la etapa inicial, el crecimiento del CoF fue menos abrupto y el valor máximo alcanzado, inferior ( $\sim 0,52$ ). En el caso de las muestras M340-Mu, el aumento de la carga condujo a un leve descenso en el valor del CoF ( $\sim 0,57$ ). Asimismo, el *running-in* presentó un crecimiento más abrupto en comparación con el obtenido para 5N. Este hecho estaría asociado a la formación más acelerada de *debris* [10].

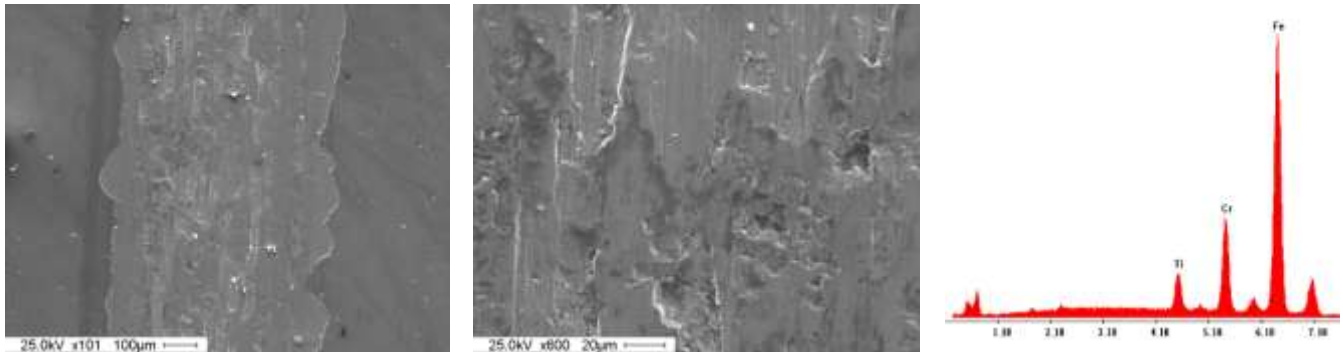
La observación por SEM de las huellas de desgaste reveló que para las muestras M340-P el mecanismo preponderante fue el de adhesión. Este efecto se vio favorecido por la afinidad química con el material de la bolilla. En la Figura 3a se observa adhesión de material sobre la superficie, este material sería arrastrado por la bolilla desde un sector de la huella a otro. La severidad del desgaste en la huella ensayada a 10 N fue mayor que en la muestra de 5 N, observándose mayor cantidad de zonas oscuras (Figura 3b) sobre las cuales el contenido de oxígeno fue mayor. El aumento de contenido de oxígeno también se vio reflejado en los análisis por EDS realizados sobre los *wear debris* colectados (Figura 3c). Este resultado estaría asociado al aumento de la activación química de la superficie que da lugar al fenómeno de tribo-oxidación, y explicaría porque las muestras ensayadas a 10N presentaron un menor CoF respecto a las ensayadas a 5N [9]. El *wear debris* presentó partículas de diferentes tamaños, encontrándose en algunos casos partículas pequeñas aglomeradas.



**Figura 3.** Micrografías SEM de las muestras M340-P ensayadas a: a) 5N, b) 10N, c) *wear debris* recolectado de muestra ensayada a 10 N

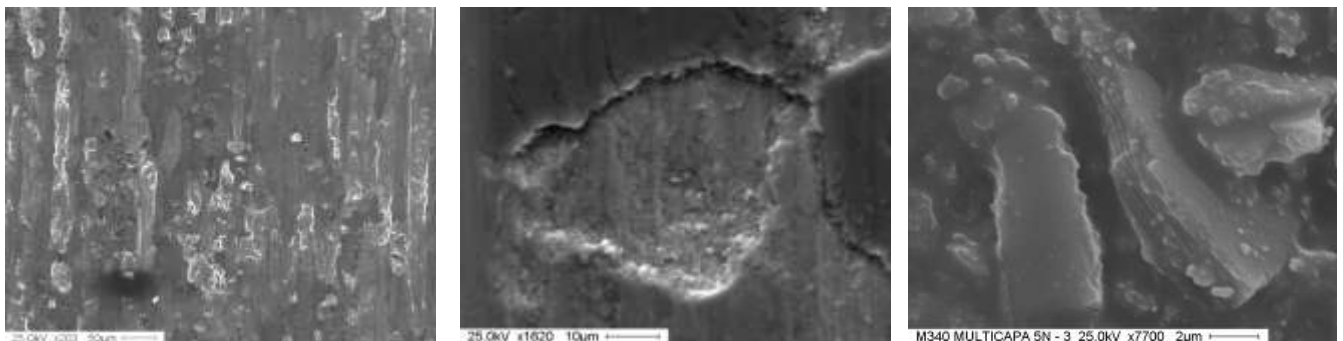
Las huellas de las muestras M340-Mo presentaron bordes irregulares que indican el desprendimiento del recubrimiento durante el ensayo. Este hecho resultó más significativo en las muestras ensayadas a 10N, lo cual está asociado al aumento de la presión de contacto y a la fragilidad de la capa de TiN (Figura 4a). Sin embargo,

en el centro de la huella, se distinguieron zonas en las cuales el recubrimiento no llegó a desprenderse verificado por EDS (Figura 4b y 4c).



**Figura 4.** Micrografías SEM de una muestra M340-Mo ensayada a: a) 10N, y b) detalle de la zona central de la huella, c) y su correspondiente análisis EDS

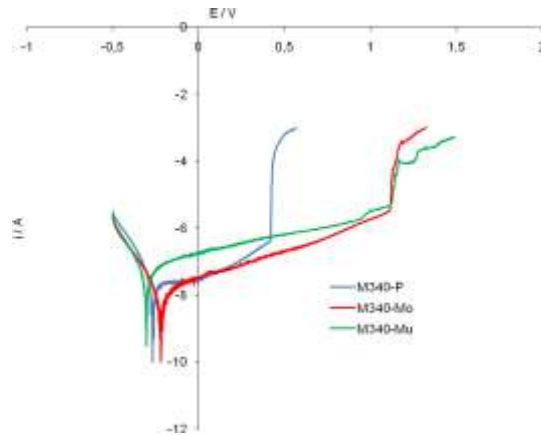
Las huellas de las muestras M340-Mu también se evidenciaron zonas en las cuales se desprendió el recubrimiento y zonas en las cuales no falló (Figura 5a). A diferencia de las muestras M340-Mo, se pudieron distinguir rasgos del desgaste progresivo, asociados a la formación de pequeñas islas sin recubrimiento que coalescieron por medio de la propagación de fisuras (Figura 5b). La formación de las islas y su coalescencia estarían asociadas a una combinación de mecanismos de adhesión y fatiga [11]. Este hecho, explicaría las transiciones abruptas observadas en todas las curvas de CoF. Cabe destacar que para la muestra ensayada a 10N, el número de islas y su tamaño se vieron incrementados. El wear debris presentó grandes placas de recubrimiento acompañadas de pequeñas partículas aglomeradas (Figura 5c).



**Figura 5.** Micrografías SEM de una muestra M340-Mu ensayada a: a) 5N, b) detalle de una zona sin recubrimiento y c) wear debris recolectado de muestra ensayada a 10 N

### 3.3 Mediciones electroquímicas

Las curvas obtenidas de la evaluación de la resistencia a la corrosión por medio del ensayo electroquímico son presentadas en la Figura 6.



**Figura 6.** Curvas potenciodinámicas de las muestras M340-P, M340-Mo y M340-Mu en solución de Ringer.

Las muestras con recubrimiento presentaron un mejor comportamiento a la corrosión que la muestra sin recubrir. La rama anódica no muestra la transición activo/pasivo para ningún de los casos. Sin embargo, en el caso de la multicapa se evidencia el crecimiento escalonado de la corriente, el cual estaría asociado al avance de la corrosión a través de diferentes capas del recubrimiento.

#### 4. CONCLUSIONES

La utilización de recubrimiento monocapa y multicapa disminuyó el coeficiente de fricción del acero inoxidable martensítico M340. El aumento de la carga de ensayo no produjo cambios significativos en el coeficiente de fricción de las muestras recubiertas, sin embargo redujo el coeficiente de fricción de las muestras sin tratar. El mecanismo de desgaste más preponderante fue el de adhesión. Los recubrimientos monocapa y multicapa mejoraron significativamente el comportamiento a la corrosión del acero inoxidable.

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores del trabajo agradecen la colaboración desinteresada del Dr. Gabriel Ybarra de INTI-Procesos Superficiales por la realización de los ensayos de corrosión.

#### REFERENCIAS

- [1] C. Natali, P. Ingle, J. Dowell, "Orthopaedic bone drills – can they be Improved? Temperature changes near the drilling face", *Journal of Bone Joint Surgery*, Vol. 78-B (1996), p. 357-362.
- [2] T. Udiljak, D. Ciglar, S. Skoric, "Investigation into bone drilling and thermal bone necrosis", *Advances in Production Engineering & Management*, Vol. 2 (2007), p. 103-112.
- [3] A. Kumar, "Diamond-like carbon coated dental instrument", United States Patent N° 49586 (2003).
- [4] ASTM F899-. Standard specification for Wrought Stainless Steels for Surgical Instruments.
- [5] A. Vadiraj, M. Kamaraj, "Characterization of fretting fatigue damage of PVD TiN coated biomedical titanium alloys", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 200 (2006), p. 4538-4542.
- [6] J. Park, D.J. Kim, Y.K. Kim, K.H. Lee, K.H. Lee, H. Lee, S. Ahn, "Improvement of the biocompatibility and mechanical properties of surgical tools with TiN coating by PACVD", *Thin Solid Films*, Vol. 435 (2003), p. 102-107.
- [7] A. Wisbey, P.J. Gregson, M. Tuke, "Application of PVD TiN coating to Co-Cr-Mo based surgical implants", *Biomaterials*, Vol.8 (1987), p. 477-480.
- [8] M. Flores, E. De Las Heras, D.A. Egidi, R. Ruelas, E. Rodríguez, A. Bautista, P. Corengia, "Estudio del desgaste de recubrimientos dúplex y multicapas TiN/Ti en pruebas de microabrasión" *Anales CONAMET/SAM*, 2008.
- [9] J.L. Mo, M.H. Zhu, B. Lei, Y.X. Leng, N. Huang, "Comparison of tribological behaviours of AlCrN and TiAlN coatings—Deposited by physical vapor deposition", *Wear* Vol. 263 (2007), p. 1423–1429.

[10] G. Cassar, J.C. Avelar-Batista Wilson, S. Banfield,, J. Housden, A. Matthews, A. Leyland, “A study of the reciprocating-sliding wear performance of plasma surface treated titanium alloy”; *Wear*, Vol. 269 (2010), p. 60-70.

[11] D. Drees, J.P. Celis, S. Achanta, “Friction of thin coatings on three length scales under reciprocating sliding”, *Surface & Coatings Technology*, Vol. 188–189 (2004), p. 511–518.