

M. Cortada¹
J. Sabrià¹
L. Giner¹
E. Fernández²
F.J. Gil²
J.A. Planell²

¹ Dpto. de Ciencias Morfológicas y
Odontostomatología,
Facultad de Odontología,
Universidad de Barcelona.

² Dpto. Ciencia de los Materiales e
Ing. Metalúrgica. E.T.S.
Ingenieros Industriales de Barcelona.
Universidad Politécnica de Cataluña.

Efecto de los tratamientos
térmicos de esterilización sobre
las propiedades superelásticas
de una aleación de Ni-Ti para
fijadores protésicos utilizados en
odontología

RESUMEN

El objetivo de este estudio consiste en determinar el efecto que los tratamientos térmicos de esterilización tienen sobre las propiedades mecánicas de una aleación de Ni-Ti superelástica con memoria de forma con aplicación a la realización de fijadores protésicos dentales debido principalmente a los llamados procesos de envejecimiento que podrían tener lugar en la aleación.

PALABRAS CLAVE

Envejecimiento; Tratamientos térmicos; Ni-Ti.

ABSTRACT

The effect of the sterilization heat treatments on mechanical properties have been studied in the Ni-Ti shape memory alloy in order to apply in dental prosthetic fixations. The ageing of the alloy produces precipitations that provoke changes in the properties of the alloy.

KEY WORDS

Ageing; Heat treatments; Ni-Ti alloy.

446 INTRODUCCIÓN

Las aleaciones con memoria de forma se caracterizan por poseer propiedades no comunes respecto a las aleaciones convencionales utilizadas en Odontología, como son el efecto memoria de forma, en la que el material recupera su forma original cuando ha sido deformado plásticamente al ser calentado a unas temperaturas singulares de la aleación; y otra propiedad como es la superelasticidad o también denominada pseudoelasticidad, ésta consiste en que la aleación o el fijador protésico, en nuestro caso va a ser posible deformarlo hasta una deformación del 15% y que el propio material tienda a volver elásticamente a su forma original ejerciendo unas tensiones constantes y ligeras que van a ser utilizadas en Odontología para movimientos dentales (Ortodoncia), para soportar una prótesis y que el metal haga una tensión constante sobre los dientes pilares sin posibilidad de desactivación (Retenedores Protésicos), entre las aplicaciones más importantes. Cabe señalar que los aceros inoxidables, el Titanio y sus aleaciones y las aleaciones de Cromo-Cobalto, los valores de deformación elástica que pueden alcanzar no superan el 1%.

Estas aleaciones presentan una transformación de fase en su estructura cristalina desde una fase primaria llamada fase de austenita hasta una fase secundaria o fase de martensita. Esta transformación de fase puede ser regulada mediante dos mecanismos termodinámicos ya sea por aplicación de tensión sobre el material o por aplicación de temperatura. Tanto en un caso como en otro el material queda caracterizado por una serie de tensiones características (σ_s, σ_f) o temperaturas características de la transformación (M_s, M_f, A_s, A_f) que dependen fuertemente de la composición química de la aleación⁽¹⁾. Estos tres conjuntos de parámetros están fuertemente ligados y se influyen mutuamente, de forma que una disminución en la composición química de Níquel en la aleación de Ni-Ti con memoria de forma lleva consigo un aumento de las temperaturas características de la transformación que, por el contrario, implica un descenso en los valores de las tensiones características necesarias para produ-

cir la transformación⁽¹⁻³⁾. Regulando estos tres parámetros se pueden diseñar aplicaciones para estas aleaciones que trabajen en un rango de tensiones que sean de nuestro interés, ya sea el caso de niveles de tensión bajos y constantes para aplicaciones que impliquen movimiento dentario o simplemente aplicaciones que impliquen sujeción firme y constante como el caso de los fijadores protésicos dentales.

Los tratamientos térmicos a los que se pueden someter estas aleaciones influyen en las temperaturas de transformación fundamentalmente porque pueden variar la composición química de la fase austenita. Un ejemplo de esta influencia lo constituye el denominado proceso de envejecimiento o precipitación^(4,5). La precipitación o envejecimiento es la formación de compuestos en la matriz de la fase austenita y/o martensita que provocan variaciones en las composiciones químicas de la matriz y conllevan a una pérdida de las propiedades de superelasticidad y del efecto memoria de forma.

T. Saburi, T. Tatsumi y S. Nenno⁽⁵⁾ encontraron que la temperatura M_s , a la cual la fase de austenita comienza a transformar a fase de martensita, y el comportamiento mecánico de aleaciones de Ni-Ti estequiométricamente ricas en níquel (> 50,7 at%Ni) eran sensibles a los tratamientos térmicos de envejecimiento, mientras que aquellas aleaciones equiestoquiométricas (50,4 at%Ni) no eran sensibles prácticamente a los tratamientos térmicos de envejecimiento. En aquellas aleaciones que se alejaban de la estequiometría se observó la aparición de precipitados tras el proceso de envejecimiento.

Experimentalmente se ha observado que los procesos de envejecimiento producen una disminución en los valores de las tensiones críticas de transformación (σ_f) y de retransformación (σ_r)⁽⁵⁻⁸⁾. Este descenso de las tensiones críticas se justifica por la aparición de unos precipitados ricos en níquel (TiNi₃ y/o Ti₄₂Ni₅₂) en la fase matriz o austenítica, lo que provoca un descenso del contenido de níquel en la fase susceptible de transformación y, por lo tanto, una variación en la composición química que implica un aumento en las temperaturas de transformación y

como consecuencia una disminución en las tensiones necesarias para inducir la transformación⁽⁵⁻⁸⁾.

Este proceso de precipitación puede provocar la pérdida de la superelasticidad de la aleación, ya que al aumentar la temperatura de transformación M_s , se estabiliza la fase de martensita en la matriz austenítica. Al estabilizarse martensita lo que se observa en un diagrama de tensión deformación es una deformación permanente en el estado libre de tensión. Esta deformación debería desaparecer si se calienta por encima de la temperatura A_f a partir de la cual toda la fase martensítica ha transformado a fase austenítica y la única fase presente es austenita, pero incluso aplicando temperatura, la recuperación a la forma original no es total debido a que los precipitados bloquean la retransformación de algunas placas martensíticas^(1-4,8).

Para la recuperación de las propiedades de superelasticidad de la aleación se debe aplicar un tratamiento térmico a 950°C , para la total disolución de los precipitados en la fase austenítica seguido de un temple en agua para estabilizar esta fase a temperatura ambiente^(6,7).

Por lo tanto, para estas aleaciones se deben evitar las largas esterilizaciones térmicas a altas temperaturas ya que, como se ha observado, los precipitados afectan muy considerablemente a las propiedades⁽⁵⁻⁸⁾.

MATERIALES Y MÉTODOS

Mediante microanálisis con un Microscopio electrónico de barrido se estimaron las proporciones atómicas de nuestra aleación. Los resultados promedios obtenidos para el porcentaje de níquel arrojaron un valor medio de un 52% de porcentaje atómico de Ni y 48% de Ti.

A partir de este resultado y de las conclusiones obtenidas en el trabajo de Saburi⁽⁵⁾, vemos que nuestra aleación debería ser susceptible a los tratamientos térmicos prolongados de esterilización a altas temperaturas, ya que posee un valor de concentración en porcentaje atómico mayor del 50,7 at%Ni.

En nuestro caso, la aleación de Ni-Ti con memoria

de forma que se ha utilizado para la obtención de un fijador dental podría sufrir pérdida de las propiedades superelásticas para las que fue diseñado y, por lo tanto, su total ineficacia debido principalmente a los tratamientos térmicos que sufre durante los procesos de esterilización a los que se somete el fijador. En este caso de aplicación clínica, los procesos de esterilización consisten en someter el fijador a una temperatura de $T = 120^\circ\text{C}$, en calor húmedo, durante un cierto intervalo de tiempo de $t = 2$ h y a una presión de $P = 2$ atm. En el presente estudio se realizaron tratamientos térmicos a las temperaturas de 150°C y 500°C durante diferentes tiempos: 30 minutos, 1, 2 y 4 horas.

Un método de medida indirecto, no destructivo y sencillo de observar si los tratamientos térmicos de envejecimiento o esterilización influyen de alguna manera en las propiedades de la aleación, consiste en hacer medidas de dureza, mediante un microindentador Vickers. Las condiciones de dureza se han realizado bajo una carga constante de $L = 1$ Kg durante un tiempo de aplicación de $t = 15$ s. Los precipitados producen rápidos endurecimientos y fragilidad en el material^(4,5,8).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se han realizado medidas de dureza sobre la aleación de Ni-Ti a partir del material de colada con el que se ha obtenido el fijador, siendo el valor de dureza Vickers obtenido de $HV_1 = 225$. A partir de este material se ha realizado un tratamiento térmico de $T = 900^\circ\text{C}$ durante un tiempo de $t = 10$ min. para disolver los posibles precipitados y obtener una fase inicial austenítica. El valor de dureza obtenido ha sido en este caso de $HV_1 = 215$. A continuación este material se ha sometido a procesos de esterilización a una temperatura media de $T = 150^\circ\text{C}$, donde se ha multiplicado la temperatura de esterilización normal de $T = 120^\circ\text{C}$ por un factor de seguridad, para hacer las condiciones un poco más drásticas, durante distintos intervalos de tiempo. Los valores de dureza que se han obtenido están reflejados en la tabla 1.

Tabla 1 Valores de dureza para la aleación de Ni-Ti sometida a proceso de esterilización a T= 150°C a distintos tiempos

Tiempo (Horas)	Dureza HV ₁
0	215
0,5	220
1,0	222
2,0	230
4,0	230

A partir de estos resultados vemos que la temperatura de esterilización a la que se trabaja tiene muy poca influencia en los valores de dureza de la aleación. Por lo tanto podemos concluir que este proceso de envejecimiento no tendrá influencia sobre las propiedades de memoria de forma y superelasticidad de la aleación.

El ligero endurecimiento se produce por la aparición de películas de óxido en la superficie de la pieza pero no por la precipitación. Esto ha sido confirmado mediante la observación de cargas electrostáticas sobre la superficie de las muestras durante la observación en el microscopio electrónico de barrido, ya que los óxidos formados no son conductores.

El proceso de envejecimiento que provoca precipitados en la estructura de la aleación NiTi es un proceso controlado por la difusión atómica, es decir, la temperatura promueve el movimiento de los átomos para formar estructuras que tengan menor energía. Estas estructuras corresponden a las que se indican en el diagrama de equilibrio de esta aleación binaria y se consigue cuando el enfriamiento de la aleación se hace a velocidades muy lentas. La estructura que se obtiene es un eutectoide de dos fases sólidas, el cual no tiene propiedades de memoria de forma ni de pseudoelasticidad. Por eso, en la aleación NiTi que se aplica en los retenedores protésicos con memoria de forma, enfriamos muy rápidamente desde la fase austenítica con el fin de evitar la transformación eutectoide del equilibrio y que corresponde a la mínima energía.

La fase austenítica y/o martensítica que presentan los fijadores no son de equilibrio, y al aplicar tempe-

Tabla 2 Valores de dureza para la aleación de Ni-Ti sometida a tratamientos térmicos a T= 500°C a distintos tiempos

Tiempo (Horas)	Dureza HV ₁
0	215
0,5	290
1,0	312
2,0	330
4,0	340

ratura durante un tiempo, provocará la precipitación de las fases del eutectoide. En los estudios realizados no se observan cambios de dureza significativos que mostrarían la aparición de precipitados y por tanto se puede afirmar que esta temperatura de 120°C no es suficiente para vencer las energías de activación de movimientos de átomos para dar lugar a los precipitados. En ocasiones, al dejar la aleación a una temperatura determinada durante largos tiempos se producen nucleaciones de precipitados en lo que se denominan tiempos de incubación; una vez nucleados estos precipitados pasan a crecer aumentando considerablemente la dureza. Se observa que en cuatro horas, el material no ha sufrido un cambio significativo en los valores de dureza y por tanto el tiempo de cuatro horas no es suficiente a los 150°C ensayados para producir esta precipitación.

La influencia de la temperatura y el tiempo de tratamiento térmico es manifiesta cuando los tratamientos se realizan a temperaturas superiores, en nuestro caso se realizó a 500°C, en un horno con atmósfera controlada de Argón con el fin de no producir oxidaciones en la aleación que pudieran modificar los valores de dureza. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2.

A la luz de estos resultados, se confirma la aparición de precipitados a los treinta minutos de tratamiento térmico. Se observa como al ir aumentando el tiempo de tratamiento térmico hay un aumento en los valores de dureza, producto del mayor número de precipitados que aparecen. Las temperaturas de 500°C no son las comúnmente utilizadas en clínica y

menos en procesos de esterilización, pero nos sirve para mostrar la influencia de los tratamientos térmicos en las propiedades superelásticas de las aleaciones Ni-Ti utilizadas como fijadores protésicos.

Además de perder las propiedades de memoria de forma y de superelasticidad de estas aleaciones por la presencia de precipitados, también éstos producen fragilidad en la aleación.

Los precipitados que se han podido formar en la aleación pueden ser disueltos, realizando un calentamiento a una temperatura de 900°C durante unos 30

minutos. A esta temperatura la fase estable es la austenita, de esta forma los precipitados son inestables y se descomponen en la matriz austenítica. Cuando la aleación se enfría de nuevo rápidamente, vuelve a poseer las propiedades de memoria de forma y superelasticidad como en un inicio. Este tratamiento térmico de regeneración austenítica se realizó en las muestras tratadas a 500°C y las muestras volvieron a tener los valores de dureza iniciales de 215 HV, teniendo recuperaciones de forma del 100% y mostrando las propiedades superelásticas completas.

BIBLIOGRAFÍA

1. Perkins J. *Shape Memory effects in alloys*. Plenum Press. New York, 1975.
2. Purdy GR, Parr JG. Shape memory effect in NiTi alloys. *Trans AIME* 1981; **2**:23-25.
3. Iwasaki K, Hasiguti RS. *Martensitic Transformation*. Lovaine: The Institute of Metals, 1982.
4. Duerig TW, Zadno R. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. Butterworth Heinemann. Ltd. 1990.
5. Saburi T, Tatsumi T, Nenno S. *Effects of heat treatment on mechanical behavior of Ti-Ni alloys*. Journal de Physique, ICO-MAT-82, COLLOQUE C4-1982. Pág. C4-261-266.
6. Gil Mur FJ, Planell Estany JA. Influencia de la temperatura en las tensiones críticas de la transformación martensítica para la aleación Ni-Ti sometida a ensayos de tracción. *Anal Ing Mec* 1990; **8**: 17-22.
7. Gil FJ, Planell JA. *Efecto de los tratamientos térmicos en las tensiones de transformación de aleaciones de Ni-Ti*. XIV Simposium Nacional de Biomecánica. Vigo, 1991.
8. Hanlon JE, Butler SR, Wasilewski RJ, Wodem D. Ageing in NiTi alloys. *Metall Trans* 1971; **22**:229-232.