

# RECUBRIMIENTOS BASADOS EN FOSFATO DE CALCIO NANOESTRUCTURADOS COLOREADOS PARA APLICACIONES EN IMPLANTES ENDO-ÓSEOS

Carrizo N., Pazos L., Parodi B.  
INTI Mecánica, Grupo Biomateriales  
belen@inti.gob.ar

## INTRODUCCIÓN

Existe gran interés en la mejora de las características de diseño de los implantes para lograr acelerar el proceso de oseointegración desde los primeros momentos luego de la colocación del implante.

Con el objetivo de acelerar la fijación del implante sin la utilización de cementos óseos se explora las características de los recubrimientos basados en fosfato de calcio.

La utilización de recubrimientos basados en fosfato de calcio sobre sustratos metálicos permitirían conservar las propiedades mecánicas del sustrato metálico, y al mismo tiempo mejorar la biocompatibilidad del implante, ya que el tejido se encontrará con una sustancia con alta afinidad química para interactuar. Los métodos biomiméticos se basan en la inmersión de sustratos activados en soluciones saturadas de calcio y fósforo, con concentración, pH y temperatura similar a las del plasma sanguíneo. Es por ello que se utiliza de forma sencilla para conseguir recubrimientos basados en fosfato de calcio en implantes quirúrgicos.

Algunos pre-tratamientos pueden causar el incremento del espesor de la capa de dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) presente en los implantes de base titanio. Este óxido, dependiendo de su espesor, puede presentar color debido a un efecto de interferencia con la luz y el color obtenido puede ser utilizado como código de color con fines identificatorios beneficiosos durante cirugías traumatológicas y dentarias. Si bien esta característica es deseable, la delgada capa de  $\text{TiO}_2$  formado no es suficientemente bioactiva para promover la unión directa con el tejido óseo.

## OBJETIVO

En este trabajo se utiliza el proceso biomimético para obtener recubrimientos coloreados basados en fosfato de calcio para aplicaciones en implantes quirúrgicos y dentales.

## DESCRIPCIÓN

En La Figura 1 se presenta el esquema de pre-tratamiento de muestras utilizado.



Figura 1: Pre-tratamiento de muestras.

Para la obtención del recubrimiento se utilizó una solución iónica concentrada (Tabla 1).

Tabla 1. Composición iónica de la solución.

Ión	Concentración [mM]
$\text{Na}^+$	698
$\text{Mg}^{2+}$	7,5
$\text{Ca}^{2+}$	12,5
$\text{Cl}^-$	724,4
$\text{H}_2\text{PO}_4^-$	7,5
$\text{HCO}_3^-$	6

Las muestras se colocaron en un recipiente con 1 l de solución iónica en un baño termostático a 37 °C durante 7 horas. Se utilizó agitación vertical a 80 rpm y se registró el pH cada 15 minutos. Al retirarse de la solución se lavaron 10 min en ultrasonido con agua desionizada. Las muestras se secaron en estufa a 60 °C durante 1 hora. Todas las muestras fueron pesadas antes y después del tratamiento.

## RESULTADOS

Se midió la rugosidad de las muestras antes y después de cada etapa. El proceso de activación produjo un incremento en el parámetro de rugosidad  $R_a$  comparándolo con las muestras de referencia. La Tabla 2 indica los valores obtenidos para ambas condiciones.

Tabla 2. Valores promedio de rugosidad.

	$R_a$ [ $\mu\text{m}$ ]
Muestras de Referencia	$0,31 \pm 0,02$
Muestras Activadas	$0,64 \pm 0,01$

En la Figura 2 se presenta una imagen con el aspecto macroscópico de una muestra donde se observa el color dorado. La coloración se debe a un fenómeno de interferencia con la luz visible debido al espesor del recubrimiento ( $< 1 \mu\text{m}$ ). Mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) se observa la morfología del recubrimiento encontrándolo homogéneo y compacto con una estructura globular de tamaño  $\sim 300 \text{ nm}$  (Fig. 3).



Figura 2. Muestra coloreada.

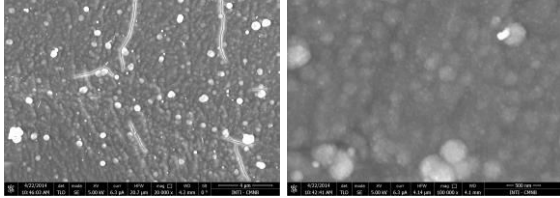


Figura 3. Imágenes SEM a distinta magnificación de las muestras recubiertas.

La Espectroscopia Dispersiva de Energía (EDS) permite detectar la presencia de calcio y fósforo como elementos constitutivos del recubrimiento globular (Fig. 4).

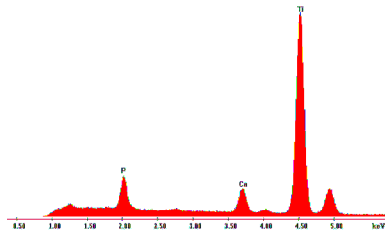


Figura 4. Espectro EDS de muestras recubiertas.

No se detectaron diferencias en los parámetros de rugosidad en las muestras recubiertas ( $R_a=0,68 \mu\text{m}$ ). Se estudió la interacción de los recubrimientos con el agua mediante la medición del ángulo de contacto de una gota. Esta medición proporciona información que permite predecir el mojado de las superficies *in-vivo*. Se obtuvo una disminución del 30 % en el valor de ángulo de contacto obtenido comparado con las muestras sin recubrir (ángulo de contacto  $\sim 55^\circ$ ). En la Figura 5 se observan los ángulos obtenidos para las muestras activadas y las muestras recubiertas.

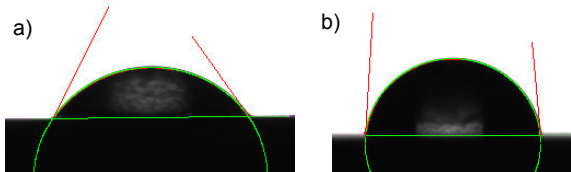


Figura 5. Ángulos de Contacto: a) muestra recubierta  $\sim 55^\circ$ , b) muestra activada  $\sim 80^\circ$ .

Se determinaron los grupos funcionales presentes sobre la superficie utilizando Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) (Fig. 6). Las bandas a  $\sim 3440 \text{ cm}^{-1}$  y  $\sim 1650 \text{ cm}^{-1}$  corresponden a la presencia de agua en la muestra. Las bandas restantes corresponden a los grupos fosfato presentes en el recubrimiento.

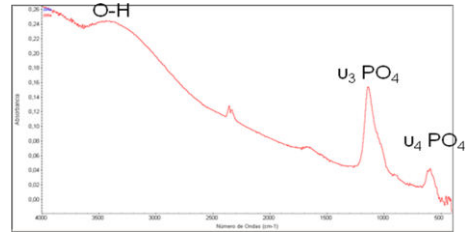


Figura 6. Espectro FTIR de una muestra recubierta.

El valor de pH inicial de la solución iónica fue de 6,2, alcanzando un plateau luego de 5 horas a pH 6,8 indicando el equilibrio alcanzado por la solución.

Luego del pre-tratamiento se detectó una pérdida en peso cercana al 2,5 % debido a la oxidación de las muestras. Luego del tratamiento biomimético las muestras ganaron  $\sim$  el 3 % en peso.

Para obtener información sobre la bioactividad del recubrimiento se realizó un ensayo según los lineamientos de la norma ISO 23317. En la Figura 7 se observan las micrografías de la muestra antes y después de 2 semanas de inmersión en Solución Simulada de Fluido Biológico (SBF). En las imágenes SEM se observan los depósitos formados sobre la muestra recubierta. Un análisis de EDS confirma la presencia de calcio y fósforo en los depósitos formados.

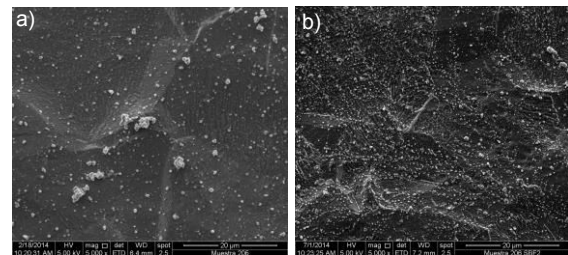


Figura 7. Imágenes SEM a) muestra recubierta, b) muestra recubierta después de 2 semanas de inmersión en SBF.

## CONCLUSIONES

Fue posible obtener recubrimientos basados en fosfato de calcio coloreados con el método biomimético propuesto en tiempos relativamente cortos (7 h). Se obtuvo la coloración dorada y se deben estudiar distintos tiempos de inmersión en la solución a fin de obtener otros espesores y por consiguiente nuevas coloraciones de recubrimiento.

El recubrimiento obtenido es homogéneo con una estructura globular de tamaño nanométrico y compuesto por fosfato de calcio. Las muestras recubiertas mostraron una marcada disminución del ángulo de contacto y una respuesta positiva a la deposición de núcleos de calcio y fósforo luego de 2 semanas de inmersión en SBF.