

ESTUDO DE SUPERFÍCIES DE TITÂNIO TRATADAS COM ATAQUE ÁCIDO

G. Conterno¹, L. M. Pazos¹, D. A. Egidi¹, M. B. Parodi¹, P. A. Corengia¹, R. Crosta²

¹ Centro de Investigación y Desarrollo en Mecánica, Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), C.C. 157, B1650WAB, San Martín, Buenos Aires, Argentina.

² Implantes Rosterdent, C.P. 1879, Quilmes Oeste, Buenos Aires, Argentina

Resumo. *As características de biocompatibilidade da camada de óxido que recobre o titânio, somadas as suas propriedades mecânicas, levam este material a ser o mais utilizado para a fabricação de implantes dentais. Não obstante, o êxito clínico requer além da osseointegração, que depende de múltiplos fatores, entre os que se encontram as características de superfície do implante.*

Numerosos trabalhos indicam que é possível melhorar a ancoragem dos implantes e reduzir os tempos de integração óssea atuando sobre sua superfície e desenvolvendo topografias adequadas. Para isto utilizam-se diversos tratamentos de superfície, como por exemplo blasting, oxidação e ataque ácido.

No presente trabalho estudaram-se amostras de titânio c.p. grau 2 atacadas com soluções de ácido clorídrico e sulfúrico, sob diferentes concentrações. Utilizaram-se, como substrato, lâminas com dois tratamentos prévios: desbaste mecânico e blasting.

As superfícies obtidas foram caracterizadas por meio de microscopia eletrônica de varredura e perfilometria e também mediu-se a perda de peso das amostras após ataque ácido.

Os resultados mostraram variações nas morfologias para as amostras atacadas com diferentes ácidos e concentrações. O tratamento prévio dos substratos influenciou a rugosidade e a topografia das amostras.

Palabras-chaves: *Implantes dentais, Titânio, Ataque ácido, Osseointegração.*

1. INTRODUCCIÓN

El titanio es frecuentemente utilizado como biomaterial y es usualmente seleccionado para confeccionar implantes dentales. Estos implantes de titanio se encuentran recubiertos por una capa de pequeño espesor (2 a 5 nm) de TiO_2 , que le brinda biocompatibilidad y pasividad química al metal base [Cacciafesta, 2001].

Múltiples factores inciden en el éxito clínico de los implantes dentales, entre ellos los relacionados con el estado de los tejidos del paciente, las técnicas quirúrgicas utilizadas, las condiciones de carga que actuarán en la zona afectada y las características de superficie del biomaterial.

Existen diferentes tratamientos de superficie que se utilizan para modificar la topografía y la rugosidad del titanio, con el objeto de mejorar la osseointegración, definida como la conexión directa estructural y funcional entre el hueso vivo ordenado y la superficie de un implante sometido a carga [Branemark, 1983 y 1997].

A través de diferentes procesos, se busca modificar la morfología de la superficie que estará en contacto con los tejidos, generando de esta manera un mejor anclaje mecánico y biológico. Entre estos tratamientos, el de grabado o ataque ácido es muy difundido, y es posible utilizarlo como único tratamiento o luego del *blasting*, en cuyo caso se denomina SLA. Resultados publicados sobre estudios de superficies con este tratamiento dual mostraron un aumento de la tasa y la cantidad de formación ósea en la superficie del implante [Cho, 2003].

Las soluciones utilizadas en estos tratamientos tienen variadas composiciones, siendo comúnmente utilizados los ácidos sulfúrico, clorhídrico, nítrico y fluorhídrico, o combinaciones de ellos.

Diversos trabajos indican que el ataque o grabado ácido genera una topografía rugosa y con microhuecos que incrementan el área de contacto entre el implante y los tejidos que lo alojan y otorga buen anclaje y oseointegración [Buser, 1991]. El tamaño de los microhuecos característicos que genera este tratamiento varía según el ácido o combinación de ácidos utilizados, y puede tener diámetros de entre 1 y 3 μm hasta 10 μm , presentando una topografía óptima para soportar los esfuerzos en la interfase hueso-implante [Arbon, 2001].

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1 Muestras

Se utilizaron como sustratos láminas de titanio comercialmente puro grado 2 de 20 x 10 x 0,8 mm, con dos tratamientos previos: desbaste mecánico hasta papel abrasivo grano 600 y *blasting* según condiciones de proceso industrial. Una muestra desbastada y otra con tratamiento de *blasting* se utilizaron como referencia y se denominaron D0 y G0 respectivamente.

2.2 Ataque ácido

Previamente al grabado se realizó una limpieza en ultrasonido con acetona, alcohol isopropílico y agua deionizada durante 3 minutos y se pesaron las probetas para conocer su peso inicial. El ataque ácido se realizó, en todos los casos, a una temperatura de 60 °C durante 30 minutos y con un volumen de solución de 6 ml. Se utilizaron soluciones de ácido sulfúrico y ácido clorhídrico con diferentes concentraciones y se identificaron las muestras según se detalla en la Tabla 1.

Muestra	Tratamiento previo	Solución	Concentración	Muestra	Tratamiento previo	Solución	Concentración
D0	Desbastada	---	---	G0	<i>Blasting</i>	---	---
D1	Desbastada	H ₂ SO ₄	6 M	G1	<i>Blasting</i>	H ₂ SO ₄	6 M
D2	Desbastada	H ₂ SO ₄	9 M	G2	<i>Blasting</i>	H ₂ SO ₄	9 M
D3	Desbastada	H ₂ SO ₄	12 M	G3	<i>Blasting</i>	H ₂ SO ₄	12 M
D4	Desbastada	H ₂ SO ₄	18 M	G4	<i>Blasting</i>	H ₂ SO ₄	18 M
D5	Desbastada	HCl	6 M	G5	<i>Blasting</i>	HCl	6 M
D6	Desbastada	HCl	9 M	G6	<i>Blasting</i>	HCl	9 M
D7	Desbastada	HCl	12 M	G7	<i>Blasting</i>	HCl	12 M

Tabla 1. Identificación de las muestras

2.3 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

La caracterización de la topografía por microscopía electrónica de barrido se realizó en un equipo Philips modelo SEM 505.

2.4 Rugosidad

La rugosidad de las superficies se midió con un perfilómetro Hommelwerke Tester T1000, utilizando como parámetro el valor de rugosidad media Ra, correspondiente a la media

aritmética de las alturas de los picos y valles respecto a un plano principal, medido en μm , y cuya expresión es Eq. (1).

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |r(x)| \cdot dx \quad (1)$$

En todos los casos, el valor de Ra se obtuvo como un promedio de los resultados medidos en cada muestra para tres direcciones diferentes.

2.5 Determinación del peso de las muestras

Las muestras se pesaron en una balanza Mettler Toledo AB204 con una precisión de 0,001 g. En todos los casos, se realizó una limpieza previa y un cuidadoso secado.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Fig. 1 muestra una micrografía electrónica del sustrato desbastado D0 a 4000x.

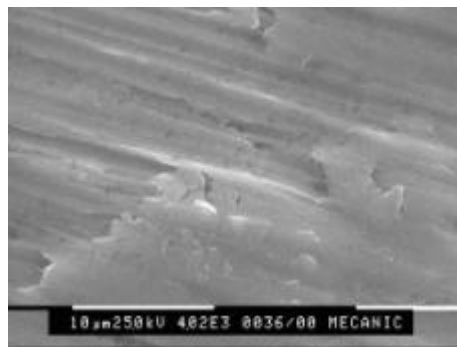


Fig. 1 Imagen SEM de la muestra D0.

El ataque ácido provocó diferentes grados de corrosión en las muestras con desbaste previo. Las láminas tratadas con concentraciones de 6 y 9 M para ambos ácidos presentaron una morfología rugosa y microhuecos de diámetro menor a $3 \mu\text{m}$. En las Fig. 2 y 3 se presentan imágenes SEM de las muestras D2 y D6, respectivamente, a 4000x.

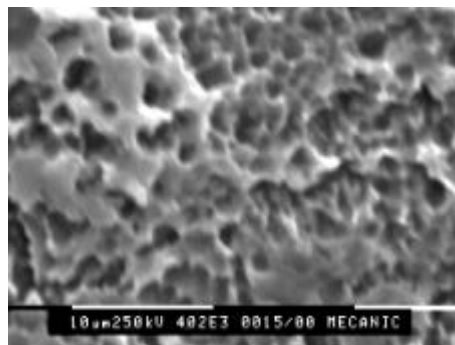


Fig. 2 Micrografía electrónica de la muestra D2 desbastada y luego atacada con H_2SO_4 9M.

Por otra parte, las micrografías de las muestras D3 y D7, ambas tratadas con soluciones de concentración 12 M, mostraron sobreataque en los bordes de grano. En la muestra D4 se

observó que el ataque fue menor a pesar de aumentar la concentración a 18 M, lo que podría corresponder a una menor reacción como consecuencia del escaso contenido de agua en la solución con la correspondiente disminución en la disociación del ácido.

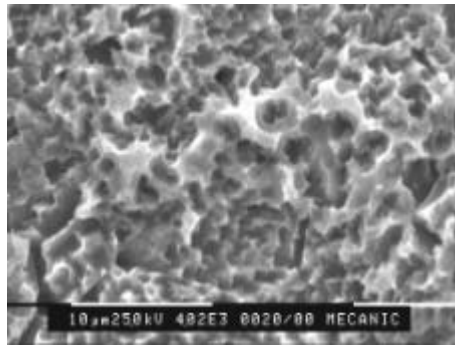


Fig. 3 Micrografía electrónica de la muestra D6 desbastada y luego atacada con HCl 9M.

En las muestras tratadas con *blasting* el ataque generó una topografía similar, con microhuecos e irregularidades, aunque se pudo apreciar la subsistencia de una macrorugosidad provocada por el tratamiento previo. En las Fig. 4 a 6 se presentan las micrografías del sustrato G0, de la muestra G2 atacada con ácido sulfúrico 9 M y de la muestra G6 atacada con ácido clorhídrico 9 M, respectivamente. Si bien se observó corrosión en todas las muestras tratadas, aquellas atacadas con concentraciones 6 M presentaron menor ataque. En ninguna de estas muestras se observaron los bordes de grano.

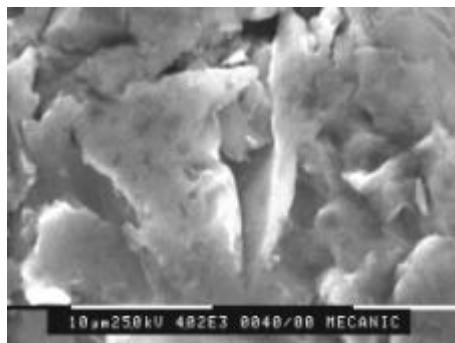


Fig. 4 Micrografía electrónica de la muestra G0 tratada con *blasting*.

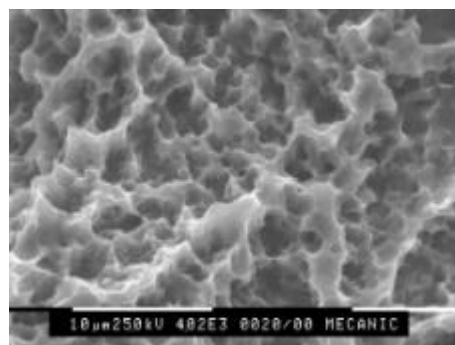


Fig. 5 Imagen SEM de la muestra G2 tratada con *blasting* y luego atacada con H₂SO₄ 9M.

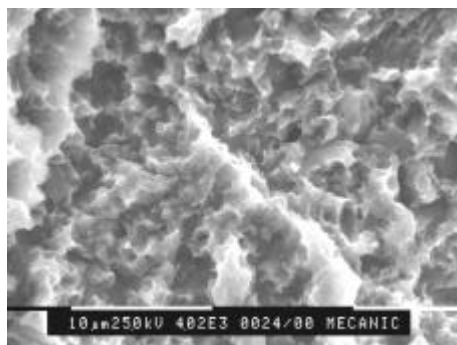


Fig. 6 Imagen SEM de la muestra G6 tratada con *blasting* y luego atacada con HCl 9M.

En los sustratos con desbaste mecánico previo, la rugosidad luego del ataque ácido fue superior en todos los casos a la de la muestra D0. En la Fig. 7 (a) se presenta el gráfico de Ra en función de los ácidos utilizados y su concentración para estas muestras. También se graficó el sustrato de referencia para una concentración nula. Se observó que el parámetro Ra aumentó con la concentración utilizada para ambos ácidos, exceptuando la muestra D4 que presentó una rugosidad media menor, probablemente debido al escaso ataque producido en esta muestra.

Por otra parte, no se apreció una gran variación en la rugosidad de las diferentes muestras tratadas, excepto para aquellas donde se reveló el borde de grano (D3 y D7), donde la rugosidad fue máxima.

En la Fig. 7 (b) están representados los valores promedio de Ra para las muestras con un tratamiento previo de *blasting*. En este caso, la rugosidad del sustrato fue mayor que para las muestras con desbaste mecánico. En todas las láminas atacadas la rugosidad fue mayor a la del sustrato de referencia y de valores similares, excepto en el caso de la muestra G4.

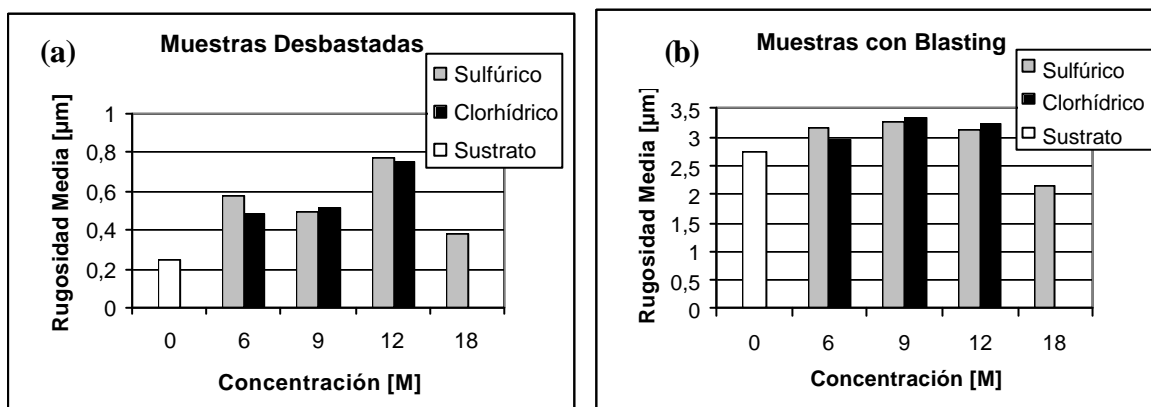


Fig. 7 Rugosidad media del sustrato y de las muestras atacadas (a) con desbaste mecánico (b) con tratamiento de *blasting*.

El análisis de la pérdida en peso en las muestras de titanio atacadas con ácido sulfúrico presentó resultados variables, mientras que en aquellas atacadas con ácido clorhídrico la pérdida de peso aumentó a medida que las soluciones incrementaban su concentración. La diferencia en este comportamiento podría estar asociada a que para ambos ácidos la disociación en la solución y los compuestos formados son diferentes.

4. CONCLUSIONES

El ataque ácido introdujo modificaciones en las topografías de los sustratos en todos los casos. Para las muestras desbastadas y luego atacadas a bajas concentraciones se observaron topografías con microhuecos, mientras que para las concentraciones de 12 M se revelaron los bordes de grano, por lo que existió un sobreataque. En el caso de la muestra atacada con H₂SO₄ 18 M se observó un menor ataque probablemente debido al bajo contenido del agente oxidante.

Para los sustratos con tratamiento previo de *blasting* se observaron menores diferencias entre las topografías generadas en las diferentes muestras. Se observaron microhuecos de diámetros similares, pero se apreciaron irregularidades en la superficie correspondientes al desgarramiento de material generado por el *blasting*.

La rugosidad fue en todos los casos mayor luego del tratamiento ácido, excepto para la muestra G4. El aumento de rugosidad generado por el ataque con los distintos ácidos fue del mismo orden de magnitud para ambos tratamientos previos.

El análisis de la pérdida en peso de las muestras luego del ataque no mostró el mismo comportamiento para los diferentes ácidos, probablemente debido al diferente comportamiento de sus productos de disolución con el titanio.

REFERENCIAS

- Arbon A., Hopfensperger M., Thompson J., Cooper (2001) L., "Evaluation of a predictive model for implant surface topography effects on early osseointegration in the rat tibia models", *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 85, 40-46.
- Branemark (1983), "Osseointegration and its experimental background". *Journal of Prosthetic Dentistry*, 50, 399-412.
- Branemark (1997) "Osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. Experience from a 10-year period". *Scandinavian Journal of Plastic and Reconstructive Surgery and Hand Surgery*, 16 (S).
- Buser D., Schenk R., Steinemann S. (1991), "Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implants. A histomorphometric study in miniature pigs", *Journal of Biomedical Research*, 25, 899-902.
- Cacciafesta P., Hallam K. R., Watkinson A. C., Allen G. C., Miles M. J., Jandt K. D. (2001), "Visualisation of human plasma fibrinogen adsorbed on titanium implant surfaces with different roughness", *Surface Science*, 491, 405-420.
- Cho, S. A., Park K. T. (2003), "The removal torque of titanium screw inserted in rabbit tibia treated by dual acid etching", *Biomaterials* 24, 3611-3617.