



Tratamientos de superficie para implantes dentales: influencia en la vida a la fatiga

Pazos, L.⁽ⁱ⁾; Svoboda, H.⁽ⁱⁱ⁾; Corengia, P.⁽ⁱⁱⁱ⁾

⁽ⁱ⁾INTI-Mecánica

⁽ⁱⁱ⁾Facultad de Ingeniería – Universidad Nacional de Buenos Aires (FI-UBA)

⁽ⁱⁱⁱ⁾Representante Tecnológico de INTI en España

Introducción

Dentro de los materiales para aplicaciones biomédicas el titanio comercialmente puro es ampliamente utilizado, en particular en implantes dentales, debido a su capacidad de óseo-integrarse, sus propiedades mecánicas y a la biocompatibilidad que le brinda su óxido superficial. Sin embargo, el éxito clínico de una implantación se encuentra íntimamente ligado a las características de superficie que presenten dichos implantes, ya que éstas, tienen una fuerte influencia sobre muchos fenómenos que pueden conducir al fracaso del implante como son, la corrosión, el desgaste, la fatiga y la óseo-integración, entre otros. En este sentido, se sabe que el crecimiento, adhesión y proliferación de células osteogénicas está fuertemente relacionado con características superficiales tales como la rugosidad, la topografía, la tensión superficial.

Con el fin de mejorar las propiedades de óseo-integración y reducir así el tiempo de cicatrización ósea, se modifican la rugosidad y topografía a través de tratamientos de superficie. Actualmente, dentro de la gran variedad de tratamientos de superficie diseñados para su uso en biomateriales, en particular para implantes dentales de titanio, los más utilizados son el blasting, el ataque ácido y una combinación de ambos (blasting + ataque ácido), comercialmente llamada SLA.

Las únicas complicaciones y fallos en implantes que se pueden atribuir al empleo del titanio tienen su origen en aspectos biomecánicos. Los implantes generalmente están sometidos a cargas cíclicas, lo cual lleva a la rotura de los mismo al cabo de varios años de funcionamiento como resultado de la fatiga mecánica del material. Si bien estos tratamientos introducen importantes mejoras en las propiedades mencionadas, la vida a la fatiga de los componentes tratados puede verse fuertemente modificada, debido a las tensiones residuales introducidas durante el tratamiento, la rugosidad superficial, la generación de defectos, el

endurecimiento superficial por deformación plástica, etc. En este sentido, se sabe que el número de ciclos necesario para producir la falla de una probeta por fatiga, se puede dividir en el número de ciclos necesarios para la iniciación de una fisura (N_i), y el número de ciclos para propagar dicha fisura hasta producir la falla (N_p). Sin embargo, todas las modificaciones superficiales afectan, principalmente la nucleación de fisuras (N_i). Por un lado, los defectos superficiales actúan como concentradores de tensión y favorecen el inicio prematuro de fisuras. Por el otro, la presencia de tensiones residuales de compresión y el endurecimiento superficial por deformación plástica mejoran la respuesta a la fatiga.

Finalmente, el objetivo de este trabajo es evaluar el efecto de los tratamientos de superficie blasting, grabado ácido y blasting + ataque ácido, en la vida a la fatiga de titanio comercialmente puro. Se buscará comprender los mecanismos actuantes e identificar las variables fundamentales que controlan la nucleación de fisuras por fatiga bajo las distintas condiciones superficiales en estudio.

Descripción Experimental

Se utilizó titanio comercialmente puro grado 4. Los tratamientos estudiados fueron: ataque ácido, blasting y blasting + ataque ácido, además se utilizó una condición de mecanizado como referencia. El ataque ácido se realizó con una solución de H_2SO_4 9M a una temperatura de 60°C. Para el tratamiento de blasting se utilizaron partículas de alúmina de tamaño medio 425-600 μm y una presión de 8 bar. Para el tratamiento dual de blasting + ataque ácido, primero se realizó el tratamiento de blasting y posteriormente el ataque ácido. Se utilizaron los mismos parámetros citados anteriormente. Estos tratamientos fueron caracterizados mediante diferentes técnicas. Se caracterizaron los defectos superficiales y los cambios microestructurales por medio de microscopía óptica (OM) y electrónica de barrido (SEM). Se analizaron las tensiones residuales por difracción de rayos X. Para la obtención de los

espectros de intensidad se realizó el barrido alrededor del ángulo $2\theta = 139,5^\circ$ correspondiente a la familia de planos (2 1 3).

Los ensayos fueron realizados en una máquina de fatiga por flexión rotativa M.O.T. Tipo CT 8/30 (R=-1), con una frecuencia de 33 Hz (2000 rpm), en aire y a temperatura ambiente. El criterio de vida infinita fue 10^7 ciclos. A partir de los resultados se construyeron las curvas σ_a-N_f para cada condición. En la Fig. 1 se puede ver un esquema con la geometría y dimensiones de la probeta empleada y la máquina de ensayo.

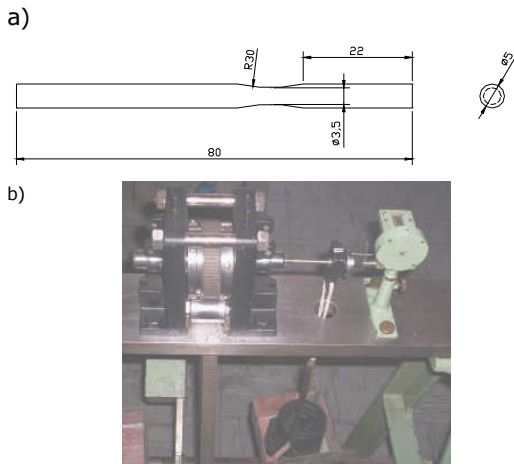


Fig. 1: a) Geometría y dimensiones de la probeta de fatiga empleada, b) máquina de fatiga por flexión rotativa.

Se caracterizaron las probetas ensayadas. Se observaron cortes longitudinales y las superficies de fractura de las probetas.

Resultados

En la Fig. 2 se muestran imágenes OM de los perfiles de las superficies tratadas, en las que se evidencian los defectos generados.

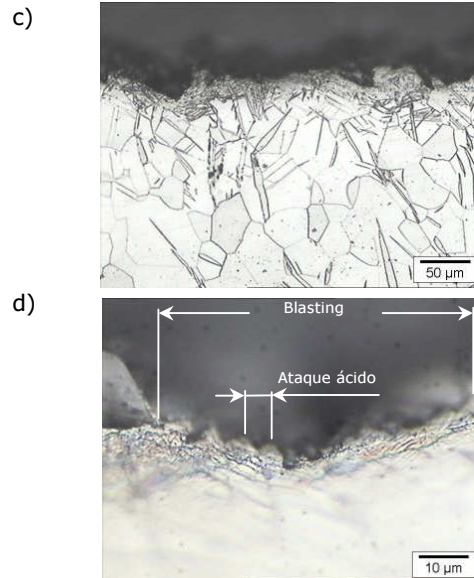
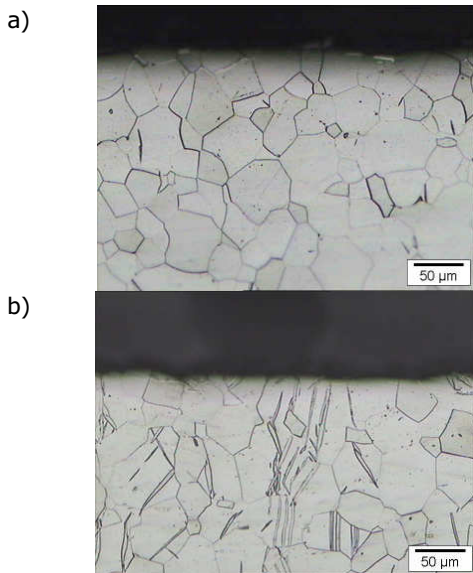


Fig. 2: Imágenes OM de los perfiles de las superficies en estudio. a) mecanizado, b) ataque ácido, c) blasting, d) blasting + ataque ácido.

Mediante la observación microscópica no se detectó la presencia de defectos superficiales severos para las muestras mecanizadas (ver Fig. 2 a)). Por otro lado, el grabado ácido no modificó sustancialmente el perfil macroscópico de la superficie respecto de la condición de mecanizado. Sin embargo, a mayores magnificaciones se pudo comprobar que el tratamiento produjo microhuecos y corrosión intergranular, generando así defectos superficiales en forma de entalla cuya longitud se encuentra en el orden de los 10 µm. Estos defectos podrían actuar como concentradores de tensión (ver Fig. 2 b)).

En la Fig. 2 c) se evidencia la deformación plástica producida por el tratamiento de blasting a lo largo de toda la superficie. Por debajo de esta zona, se aprecia la presencia de maclas de deformación características de este tipo de materiales [1]. La zona de deformación severa mantuvo su espesor constante (entre 10 y 20 µm) a lo largo de toda la superficie tratada. La presencia de esta zona de deformación plástica severa superficial, seguida de una zona de maclas en la subsuperficie, fortalece la idea del endurecimiento superficial por trabajado en frío [2]. Asimismo, se pueden observar defectos superficiales en forma de entalla que estarían asociados a los cantos vivos de las partículas de alúmina cuyas dimensiones son mayores (decenas de micrones) a las observadas para el tratamiento de ataque ácido y consistentes con el tamaño de las partículas empleadas (425-600 µm). Desde el punto de vista de la concentración de tensiones, estos defectos fueron de menor severidad que los producidos por el ataque ácido. La imagen de la Fig. 2 d) refleja que el perfil macroscópico generado por el tratamiento dual (blasting + grabado ácido) es semejante al producido por el blasting. En este sentido, se evidencia una zona de deformación plástica que se mantiene

relativamente constante a lo largo de toda la superficie tratada, y la presencia de defectos superficiales en forma de entalla. Sin embargo a mayores aumentos se diferencian los microhuecos producidos por el ataque ácido que también podrían constituirse en concentradores de tensión adicionales. Cabe destacar, que la distribución de los microhuecos fue homogénea en toda la superficie, sin detectarse zonas con ataque diferenciado ni corrosión intergranular significativa.

En la Fig. 3 se muestran los difractogramas obtenidos para cada condición, analizada alrededor del ángulo $2\theta = 139,5^\circ$. En este gráfico se observa que el pico de referencia (mecanizado) corresponde al ángulo $2\theta = 139,5^\circ$, consistente con lo esperado para el material sin tratamiento [3].

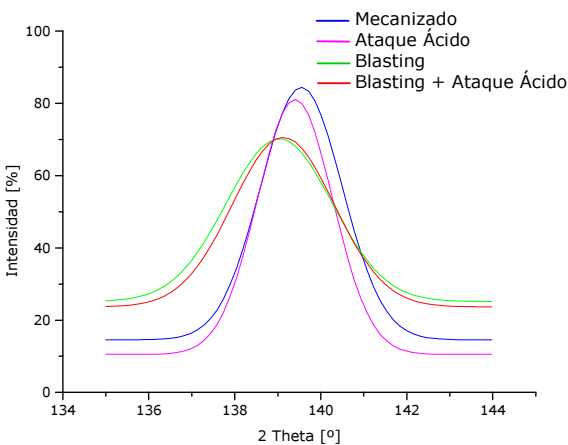


Fig. 3: Difractogramas obtenidos para las superficies mecanizada, con ataque ácido, con blasting y con blasting + ataque ácido.

El ataque ácido no presentó diferencias significativas respecto de la condición de mecanizado. Sin embargo, cabe destacar que se observa una leve disminución del ancho del pico de difracción. Por otro lado entre ambos tratamientos con blasting no hubo diferencias apreciables. Éstos, presentaron un corrimiento hacia bajo ángulo lo que se asocia a la existencia de tensiones residuales compresivas. Dicho corrimiento fue semejante para ambos tratamientos. A su vez se observó un ensanchamiento y disminución de la intensidad para el pico mencionado. Dicho ensanchamiento de pico estaría vinculado con la presencia de microtensiones residuales, mientras que la disminución de intensidad daría cuenta de un efecto de texturado. Finalmente se destaca que el tratamiento de ataque ácido posterior al blasting no produjo modificaciones adicionales.

La Fig. 4 muestra el gráfico σ_a-N_f para cada condición superficial. Los valores obtenidos para la configuración de referencia (probetas mecanizadas) son consistentes con lo reportado en la bibliografía [4,5]. Asimismo, se puede observar la disminución sensible de la resistencia a la fatiga de

las probetas con grabado ácido.

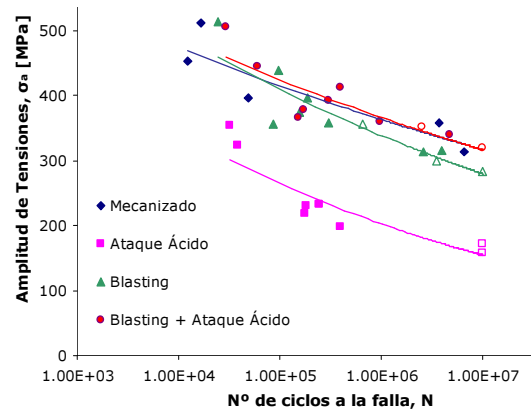


Fig. 4: Gráfico σ_a-N_f .

Esta disminución es del orden de 150 MPa, manteniéndose en todo el intervalo analizado. En términos de vida a la fatiga, para una dada amplitud de tensiones, la disminución del número de ciclos a la falla es de alrededor de 2 órdenes de magnitud. Por otro lado los tratamientos de blasting y blasting + ataque ácido no presentaron grandes variaciones respecto a la condición de referencia obteniéndose valores que se encuentran dentro de una banda de dispersión lógica para este tipo de ensayo. Sin embargo, los resultados obtenidos para el tratamiento de blasting + ataque ácido muestran una tendencia a ser levemente superiores a los correspondientes al blasting.

A partir de estos resultados se pudieron obtener las constantes de la ecuación de Basquin para cada condición.

- Mecanizado: $N_f \sigma_a^{17,15} = 7,9 \times 10^{49}$
- Ataque ácido: $N_f \sigma_a^{8,278} = 7,8 \times 10^{24}$
- Blasting: $N_f \sigma_a^{12,09} = 3,8 \times 10^{36}$
- Blasting + ataque ácido: $N_f \sigma_a^{15,75} = 2,3 \times 10^{46}$

En la Fig. 5 se muestran imágenes de fisuras halladas en probetas con ataque ácido. Se puede observar que la nucleación de fisuras tuvo lugar a partir de los defectos superficiales en forma de entalla descritos anteriormente.

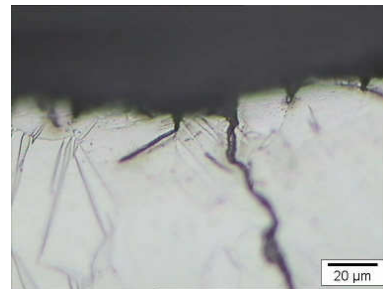


Fig. 5: Fisuras nucleadas a partir de los defectos superficiales generados por el ataque ácido.

En la Fig. 6, correspondiente al tratamiento de blasting, se observa que los defectos superficiales en forma de entalla, originados por la proyección de las partículas de alúmina, actuaron como concentradores de tensión y que fueron sitios preferenciales para la nucleación de fisuras.

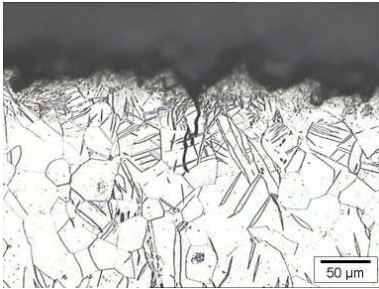


Fig. 6: Fisuras nucleadas a partir de los defectos superficiales generados por el blasting.

En la Fig. 7 se muestra la imagen de una fisuras halladas en probetas con blasting + ataque ácido. En ellas se puede observar que la nucleación de fisuras secundarias también tuvo lugar a partir de defectos superficiales en forma de entalla. Sin embargo, no se detectaron fisuras que hayan nucleado a partir de los defectos superficiales provocados por el tratamiento de grabado ácido posterior al blasting. Por lo tanto, este resultado significaría que los microhuecos generados por ataque ácido, no actuaron como concentradores de tensión.

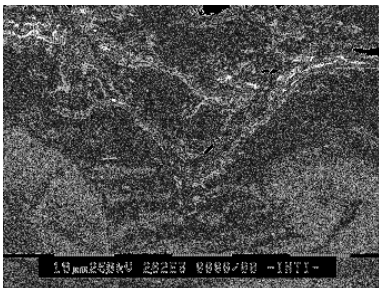


Fig. 7: Fisuras nucleadas a partir de los defectos superficiales generados por el blasting + ataque ácido.

Luego de la observación de las superficies de fractura de todas las probetas ensayadas se detectó que para las probetas sin tratamiento (mecanizado) o con tratamiento de ataque ácido, el inicio tuvo lugar desde la superficie libre (Fig. 8 a)). Sin embargo, la observación de las superficies de fractura de las probetas con blasting y blasting + ataque ácido, reveló que los inicios tuvieron lugar, tanto desde la superficie libre como desde la subsuperficie. Se encontró que los inicios subsuperficiales se diferenciaron fácilmente en las probetas que resistieron baja amplitud de tensiones (Fig. 8 b)). Sin embargo, en algunos casos, las observaciones realizadas no permitieron distinguir con claridad la naturaleza del inicio.

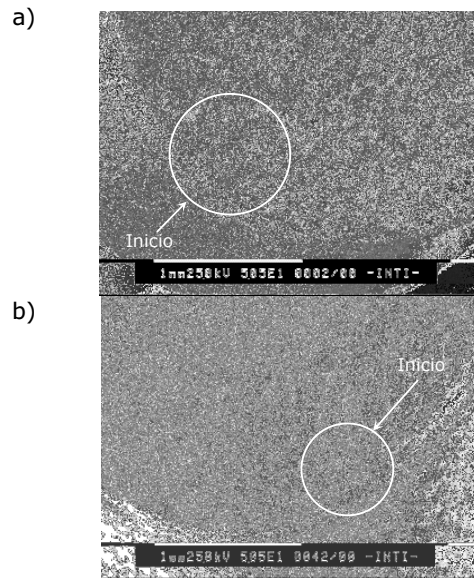


Fig. 8: Superficies de fractura de las probetas ensayadas. a) inicio desde la superficie, b) inicio subsuperficial.

Discusión

Respecto a la vida a la fatiga, el ataque ácido, presentó el peor desempeño. Analizando los efectos que introdujo el tratamiento, se observó que: no generó deformación plástica superficial, no indujo tensiones residuales pero sí generó concentradores de tensión. En este sentido, las modificaciones generadas sólo contribuyeron a disminuir la vida a la fatiga (concentradores de tensión severos, y localizados en bordes de grano). En consecuencia, la condición más favorable para el inicio se da en el vértice del concentrador. Esto explicaría, por un lado, que los inicios hayan tenido lugar desde la superficie libre.

Los tratamientos que además de generar defectos superficiales, introdujeron tensiones residuales de compresión, tuvieron mejor desempeño a la fatiga que el ataque ácido. Este resultado es consistente con la bibliografía ya que, las tensiones residuales de compresión pueden reducir y hasta eliminar los efectos de los concentradores de tensión [6]. Además, si consideramos el aumento de la resistencia de la capa superficial por la deformación plástica, y que los concentradores de tensión generados fueron menos severos que en las probetas con ataque ácido, nos encontramos ante una situación más favorable que la anterior que explicaría este comportamiento. Además, para una probeta con tensiones residuales de compresión inducidas en su superficie y sometida a flexión rotativa, es esperable que el inicio tenga lugar en la subsuperficie [1,3,7,8]. Este hecho es consistente con los resultados hallados, sin embargo, en probetas con blasting y blasting + ataque ácido también se diferenciaron inicios superficiales, fundamentalmente en probetas ensayadas a

altas amplitudes de tensión. Esto se podría interpretar como una competencia entre los defectos superficiales, que tienden a localizar los inicios en la superficie, y las tensiones residuales y el endurecimiento superficial que favorecen la nucleación en la subsuperficie.

Conclusiones

A partir de los resultados obtenidos de los ensayos de fatiga por flexión rotativa se obtuvieron las ecuaciones de Basquin, que modelan el comportamiento a la fatiga de las condiciones estudiadas. Los tratamientos de blasting y blasting + ataque ácido no presentaron diferencias significativas respecto del mecanizado, mientras que el ataque ácido, provocó una disminución del orden de 150 MPa y de 2 órdenes de magnitud en términos de número de ciclos a la falla en todo el intervalo estudiado.

Para los tratamientos de blasting y blasting + ataque ácido se observó en algunas superficies de fractura de probetas ensayadas, que el inicio tuvo lugar en la subsuperficie, lo que estaría asociado a la introducción de tensiones residuales de compresión y al endurecimiento superficial generado. Este hecho contrarrestaría el efecto adverso que implica la generación de defectos en la superficie y explicaría por qué el ataque ácido, al no haber introducido tensiones residuales de compresión ni endurecido la superficie, fue el tratamiento que mayor efecto negativo tuvo sobre la resistencia a la fatiga del titanio.

Referencias

- [1] G. Dieter, "Mechanical Metallurgy", 3º Edición (1986) Mc Graw-Hill, New York.
- [2] X.P. Jiang, X.Y. Wang, J.X. Li, D.Y. Li, C.S. Man, M.J. Shepard, T. Zhai, "Enhancement of fatigue and corrosion properties of pure Ti by sandblasting", Mater. Sci. Eng. A, 429 1-2 (2006), pp.30-35.
- [3] F.J. Gil, J.A. Planell, A. Padrós, C. Aparicio, "The effect of shot blasting and heat treatment on the fatigue behavior of titanium for dental implant applications"; Dental Materials, 24 4 (2007), pp. 486-491.
- [4] C. Lin, C. Ju, J. Lin, "A comparison of the fatigue behavior of cast Ti-7.5Mo with c.p. titanium, Ti-6Al-4V and Ti-13Nb-13Zr alloys", Biomaterials, 26 (2005), pp. 2899-2907.
- [5] Metal Handbook: Fracture and Fatigue, Vol. 19, 10º Edición, ASM.
- [6] Metal Handbook: Failure Analysis and Prevention, Vol. 11, 9º Edición, ASM.
- [7] L. Wagner, "Mechanical surface treatments on titanium, aluminium and magnesium alloys", Mater. Sci. Eng. A, 263 (1999), pp. 210-216.
- [8] H.J. Grover, "Factors by which shot peening influences the fatigue strength of parts", The Shot Peener, 12 (1997), pp. 5-9.

Para mayor información contactarse con:
Leonardo Pazos – lpazos@inti.gov.ar