

## Tratamientos de superficie en biomateriales: ataque ácido de superficies de titanio

Pazos, L.<sup>(i)</sup>; Conterno, G.<sup>(i)</sup>; Parodi, M.B.<sup>(i)</sup>; Roth, M.<sup>(i)</sup>; Egidi, D.A.<sup>(i)</sup>; Corengia, P.<sup>(i)</sup>; Crosta, R.<sup>(ii)</sup>

<sup>(i)</sup>INTI-Mecánica

<sup>(ii)</sup>Implantes Rosterdent

### 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<sub>2</sub>, que le brinda biocompatibilidad y pasividad química al metal base<sup>[1]</sup>. 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 oseointegración. 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 de un tratamiento de 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.

Las soluciones utilizadas en estos tratamientos tienen variadas composiciones, siendo comúnmente utilizados los ácidos sulfúrico, clorhídrico, nítrico y fluorhídrico, o combinaciones de ellos<sup>[2,3]</sup>.

### Descripción Experimental

Se utilizaron como sustratos láminas de titanio comercialmente puro grado 2 de 20 x 10 x 0,2 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. Se realizó una limpieza en ultrasonido con acetona, alcohol isopropílico y agua deionizada durante 3 minutos. 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 I.

La caracterización topográfica se hizo por microscopía electrónica de barrido en un equipo Philips SEM 505.

La rugosidad de las superficies se midió con un perfilómetro Hommelwerke Tester T1000 (INTI-Procesos Superficiales), 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. En todos los casos, el valor de Ra se obtuvo como un promedio de los resultados medidos en cada muestra para tres direcciones diferentes.

Tabla I. Identificación de las muestras

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

Las muestras, luego de ser limpiadas y cuidadosamente secadas, se pesaron antes y después del tratamiento en una balanza Mettler Toledo AB204 (INTI-Procesos superficiales) con precisión de 0,01 g.

### Resultados

El ataque ácido provocó diferentes grados de corrosión en las muestras con desbaste previo. Las láminas tratadas con concentraciones de 6M y 9 M para ambos ácidos presentaron una morfología rugosa y microhuecos de diámetro menor a 3 µm (ver Fig. 1). 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 de la escasa disociación del ácido.

En las muestras tratadas con blasting el ataque generó una topografía similar, con irregularidades y microhuecos, aunque se pudo apreciar la subsistencia de una macrorugosidad provocada por el tratamiento previo (ver Fig. 2).

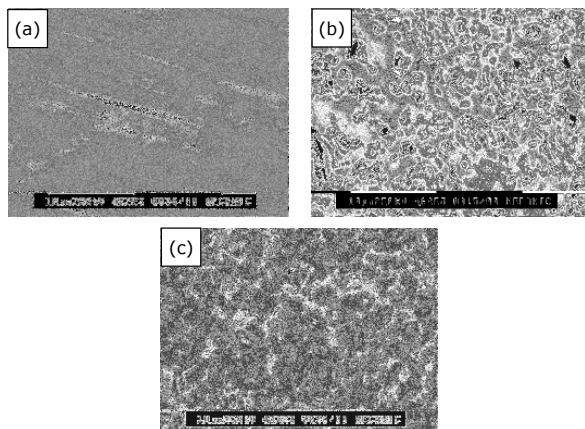


Fig. 1: Imágenes SEM a 4000x de las muestras (a) D0, (b) D2, (c), D6.

Si bien se observó corrosión en todas las muestras tratadas, aquellas atacadas con concentraciones 6 M presentaron menor ataque. No se observaron los bordes de grano en estas muestras.

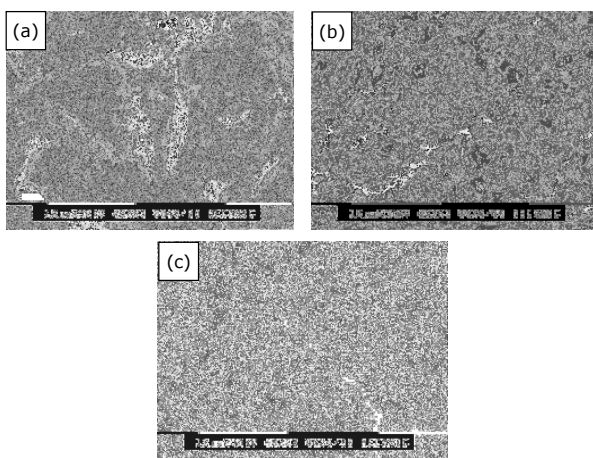


Fig. 2: Imágenes SEM a 4000x de las muestras (a) G0, (b) G2, (c), G6.

En los sustratos con desbaste mecánico previo, la rugosidad luego del tratamiento fue mayor en todos los casos a la de D0 (ver Fig. 3 (a)). Se observó que el parámetro Ra aumentó con la concentración utilizada para ambos ácidos, excepto para la muestra D4. 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.

Para las muestras con tratamiento previo de blasting, la rugosidad del sustrato fue mayor que para las muestras con desbaste mecánico (ver Fig. 3 (b)). En todas las láminas atacadas la rugosidad fue mayor a la del sustrato de referencia y de valores similares, excepto para G4.

La pérdida de peso en las muestras de titanio atacadas con  $H_2SO_4$  presentó resultados variables, mientras que en aquellas atacadas con HCl esta diferencia aumentó al incrementar la concentración de las soluciones.

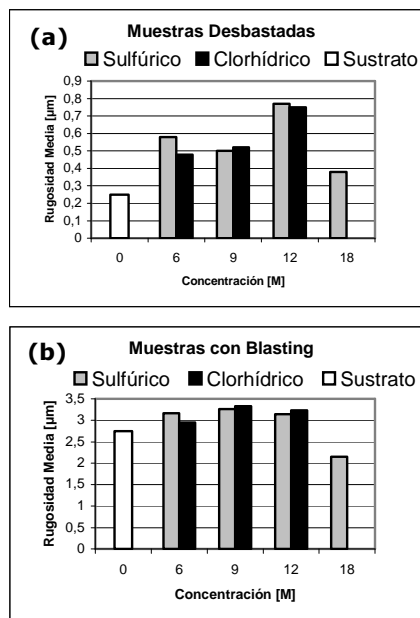


Fig. 3: Rugosidad media del sustrato y de las muestras atacadas (a) con desbaste mecánico (b) con tratamiento de blasting.

La diferencia en este comportamiento podría estar asociada a que para ambos ácidos la disociación en la solución y los compuestos formados son diferentes.

### 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 diferentes topografías a medida que aumentó la concentración de los ácidos utilizados. Por otra parte, en los sustratos con tratamiento previo de blasting se observaron topografías similares en todos los casos, con microhuecos de diámetros similares, aunque subsistieron irregularidades en la superficie correspondientes al desgarramiento de material generado por el blasting.

El aumento de rugosidad generado por el ataque con los distintos ácidos fue del mismo orden de magnitud para ambos sustratos.

El análisis de 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.

Por último, no es aconsejable la aplicación industrial de los tratamientos analizados con las condiciones de proceso para las cuales fueron observadas muestras con escaso ataque así como tampoco aquellas donde se revelaron los bordes de grano.

A la memoria de Mario O. Quintero y Hugo Helguero, compañeros y amigos.

- [1] Cacciafesta P., Hallam K. R., Watkinson A. C., Allen G. C., Miles M. J., Jandt K. D., *Surface Science*, 491 (2001) 405-420.
- [2] Cho, S. A., Park K. T., *Biomaterials* 24 (2003) 3611-3617
- [3] Buser D., Schenk R., Steinemann S. *Journal of Biomedical Research* 25 (1991) 899-902.

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