



Obtención de recubrimientos de fosfatos de calcio sobre sustratos de Ti6Al4V mediante rocío pirolítico

F. F. Ríos Pimentel¹, M. Méndez-González² y M. A. Aguilar Frutis¹

¹Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del Instituto Politécnico Nacional, Legarí 694. Colonia Irrigación, 11500 México D. F.

²Departamento de Física, Escuela Superior de Física y Matemáticas del Instituto Politécnico Nacional, U. P. Adolfo López Mateos s/n, Edif. 9, Col. Lindavista, 07738, México D.F.

Resumen

Mediante la técnica de Rocío Pirolítico se obtuvieron recubrimientos basados en calcio sobre sustratos metálicos de la aleación Ti6Al4V. Se obtuvieron recubrimientos con una serie de condiciones pre-establecidas. La morfología y composición química de los recubrimientos, se obtuvieron mediante las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos-X (EDSX) respectivamente. Algunos de los recubrimientos obtenidos presentaron una morfología uniforme y con la porosidad esperada. Así mismo, algunos de los recubrimientos presentaron una razón Ca/P cercana a la del hueso natural (Ca/P = 1.67).

Introducción

En los últimos 20 años se han venido utilizando implantes ortopédicos y dentales recubiertos de hidroxiapatita [1]. Actualmente se continúan realizando estudios para mejorar estos recubrimientos con el propósito de lograr una mejor fijación del implante al hueso, ya que los recubrimientos disponibles en el mercado tiene varios problemas debido al control químico de pureza, cristalinidad, adherencia y principalmente a la dificultad de recubrir superficies irregulares, tales como los tornillos ortopédicos y pernos externos de fijación [2]. Estas superficies irregulares requieren que los recubrimientos sean depositados por una técnica capaz de obtener recubrimientos homogéneos. Dentro de otros métodos de depósito, el método de Rocío Pirolítico ultrasónico, un método simple de depósito con bajo costo de instalación y capaz de procesar por lotes a presión ambiental, se ha empleando en este trabajo para obtener recubrimientos sobre superficies planas.

Desarrollo Experimental

Se llevaron a cabo depósitos en los que se obtienen recubrimientos homogéneos con una buena razón Ca/P. Los recubrimientos de fosfato de calcio fueron depositados en sustratos Ti6Al4V de 10mm x 10mm x 2mm, empleando el método de Rocío Pirolítico Ultrasónico. Los sustratos se limpiaron en un baño ultrasonido con acetona, etanol y agua desionizada. Se preparó una solución de acetilacetato de calcio [C₁₀H₁₄CaO₄, 99.95%, Ca(acac), de Aldrich] en N,N-Dimetilformamida, (C₃H₇NO, N,N-DMF), como fuente de calcio. Como fuente de fósforo se empleó una solución de H₃PO₄ con una concentración variable entre 0.14 y 0.40% en volumen de ácido en agua desionizada. Los sustratos limpios

fueron colocados sobre la platina de estaño, utilizada como sistema de calentamiento del sustrato y controlada electrónicamente. Se utilizó aire como gas de arrastre a un flujo de 10 L/min. Los depósitos fueron realizados en periodos de 20 y 10 minutos. La temperatura de los depósitos vario entre 265 °C y 350 °C. Se emplearon las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido con un equipo Jeol JSM-6300, Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos-X, con un equipo Inca X-Sight Oxford Instruments 7582, para obtener su morfología y composición química respectivamente.

Resultados y Análisis

Se obtuvieron 2 recubrimientos de fosfato de calcio sobre sustratos de Ti6Al4V para cada una de las 9 condiciones de depósito, obteniendo 18 películas en total. Su composición química fue determinada mediante la técnica de Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos-X. La Tabla 1, muestra los valores de (Ca/P) obtenidos.

Tabla 1 Razón de Calcio a Fósforo, (Ca/P) obtenida mediante Energía Dispersiva de Rayos-X.

Muestra	Temperatura °C	H ₃ PO ₄ % vol	Ca/P
Ti1a	335	0.14	s/deposito
Ti1b	335	0.14	s/deposito
Ti2a	300	0.25	0.49, 1.51
Ti2b	300	0.25	1.03, 1.14
Ti3a	265	0.36	0.89,0.81
Ti3b	265	0.36	0.25,0.38
Ti4a	335	0.36	0.27,0.14
Ti4b	335	0.36	0.47, 0.29
Ti5a	265	0.14	1.00, 0.86
Ti5b	265	0.14	0.69, 0.51
Ti6a	250	0.25	1.15, 0.99
Ti6b	250	0.25	2.40, 1.82
Ti7a	300	0.40	1.09, 0.41
Ti7b	300	0.40	0.77, 0.45
Ti8a	300	0.10	s/deposito
Ti8b	300	0.10	s/deposito
Ti9a	350	0.25	s/deposito
Ti9b	350	0.25	s/deposito

Todos los depósitos, excepto los correspondientes a las muestras Ti1a, Ti1b, Ti8a, Ti8b, Ti 9a y Ti9b, generaron un



recubrimiento en la superficie. Probablemente, para estas muestras las temperaturas altas de depósito conducen a fenómenos superficiales que evitan la fijación ó adherencia de la película sobre el sustrato. Los recubrimientos que se depositaron en forma homogénea fueron los correspondientes a las muestras Ti6a y Ti6b. Sin embargo, la razón de Ca/P reporta variaciones apreciables entre un recubrimiento y otro, lo cual puede indicar que el recubrimiento no resulta completamente homogéneo. Se realizan pruebas adicionales con el propósito de mejorar la reproducibilidad de los depósitos.

La morfología de cada una de las películas depositadas fue observada en diferentes zonas. Las Figuras 1 y 2, muestran la superficie de los recubrimiento Ti6a y Ti6b respectivamente, depositados a la temperatura de 250°C, con una solución de 0.25% de H₃PO₄. En la Figura 1, se muestra la morfología del recubrimiento Ti6a observada a 250X. La Figura 2, muestra la morfología del recubrimiento Ti6b, observada con la misma amplificación. La superficie de los recubrimientos está conformada por una distribución homogénea de poros interconectados de aprox. 10 µm de diámetro.

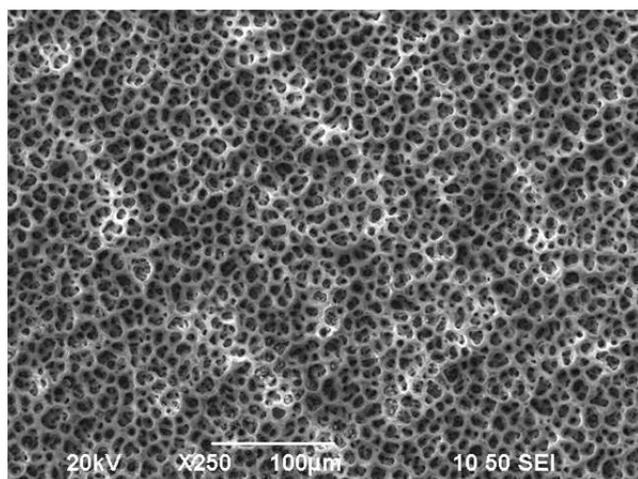


Fig. 1 Morfología del recubrimiento Ti6a observada a 250X.

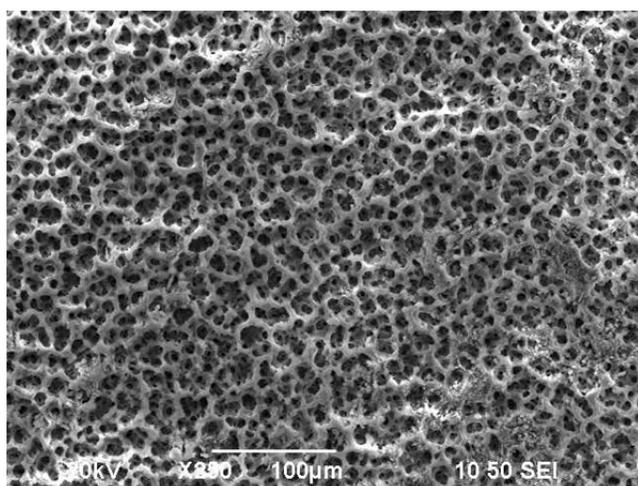


Fig. 2 Morfología del recubrimiento Ti6a observada a 250X.

Conclusiones

Mediante la técnica de Rocío Pirolítico, se han depositado recubrimientos de fosfato de calcio sobre sustratos de Ti6Al4V empleando una temperatura de depósito entre 250°C y 350° C con una concentración de H₃PO₄ en agua desionizada entre 0.10% y 0.40%. Así mismo, se ha determinado que los sustratos de Ti6Al4V y el empleo de un sistema manual para el movimiento de la boquilla permiten depósitos más uniformes.

Algunos recubrimientos presentaron una morfología uniforme sobre toda la superficie. Sin embargo, la composición entre un recubrimiento y otro llevado a cabo bajo las mismas condiciones no presenta valores homogéneos. Actualmente se está valorando la condición de la superficie del sustrato con el propósito de obtener recubrimientos homogéneos y reproducibles.

Agradecimientos

Agradecemos al Programa Institucional de Formación de Investigadores (PIFI) y a la Secretaria de Investigación y Posgrado del IPN, por el apoyo en el desarrollo del presente trabajo dentro de los proyectos SIP:20101629, SIP:20111101 y SIP:20110572.

Referencias

1. Byung-Houn Kim, Ju-Hyun Jeong, Yong-Sun Jeon, Kyung-Ok Jeon, Kyu-Seog Hwang. *Ceram. Int.* 33 (2007) 119.
2. K. van Dijk, H.G. Schaeken, J.C.G. Wolke, C.H.M. Maree, F.H.P.M. Habraken, J. Verhoeven, J.A. Jansen, J. Biomed. Mater. Res. 29 (1995) 269.