



## Caracterización de Recubrimientos Basados en Calcio y Depositados sobre Sustratos Metálicos

F.F. Ríos Pimentel<sup>1</sup>, M. Méndez-González<sup>2</sup> y M. A. Aguilar Frutis<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del Instituto Politécnico Nacional  
Legaría 694. Colonia Irrigación, 11500 México D. F.

<sup>2</sup>Departamento 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 las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos-X (EDSX) y Difracción de Rayos-X (DRX) se obtuvo la morfología, composición química y difractogramas de los recubrimientos basados en calcio y depositados sobre acero inoxidable 316L y Ti6Al4V, obtenidos mediante la técnica de rocío pirolítico. Los porcentajes de Ca, P y O determinados mediante EDSX, muestran que los precursores, las condiciones de flujo y temperatura utilizados en la obtención de los recubrimientos influyen fuertemente en su composición química. Por otro lado, se están determinando las fases presentes en los difractogramas obtenidos por DRX.

### Introducción

En los últimos 20 años se han venido utilizando implantes ortopédicos y dentales recubiertos de hidroxiapatita [2]. 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 a la dificultad de recubrir superficies irregulares, tales como los tornillos ortopédicos y pernos externos de fijación [3]. Estas superficies irregulares requieren que los recubrimientos sean depositados por una técnica que sea capaz de obtener recubrimientos homogéneos.

### Desarrollo Experimental

Los recubrimientos de fosfato de calcio obtenidos mediante rocío pirolítico, fueron depositados en sustratos de acero inoxidable 316L (A-316L) y Ti6Al4V de 15mm x 10mm x 2mm. Los sustratos limpios fueron colocados en la tina 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 recubrimientos fueron depositados por periodos de 20 minutos a una temperatura de 525 °C. Se preparó una solución de acetilacetato de calcio [C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>CaO<sub>4</sub>, 99.95%, Ca(acac), de Aldrich] en N,N-Dimetilformamida, (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO, N,N-DMF), como fuente de calcio. Se empleó una concentración de 5% de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> por volumen en agua desionizada como fuente de fósforo. Ambas soluciones fueron suministradas paralela y simultáneamente durante el depósito. Se emplearon las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) con

un equipo Jeol JSM-6300, Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos-X (EDSX) con un equipo Inca X-Sight Oxford Instruments 7582, y Difracción de Rayos-X (DRX) con un equipo SIEMENS D 5000, para caracterizar la morfología, composición química y estructura cristalina de los recubrimientos, respectivamente.

### Resultados y Análisis

Se obtuvo la morfología de 6 recubrimientos depositados sobre acero 316L y 3 recubrimientos depositados sobre Ti6Al4V. La Figura 1, muestra la morfología de la superficie del recubrimiento 10, depositado sobre A-316L. Se observan algunos agregados en forma esférica de aproximadamente 10µm de diámetro y pequeñas partículas distribuidas uniformemente sobre toda la superficie del recubrimiento.

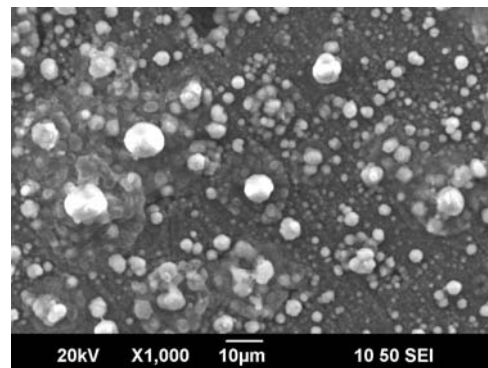


Fig. 1 Superficie del recubrimiento 10 depositado sobre acero 316L con 5% de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> en solución.

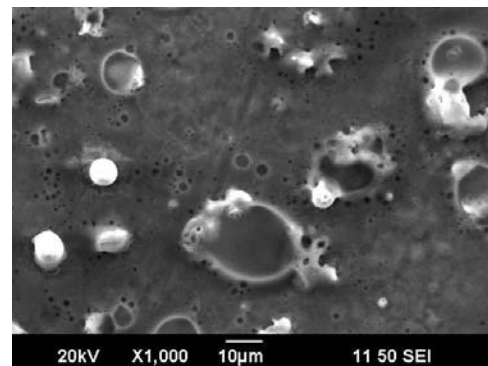


Fig. 2 Superficie del recubrimiento 17 depositado sobre Ti6Al4V con 5% de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> en solución.



La Figura 2, muestra la superficie del recubrimiento 17 depositado sobre Ti6Al4V bajo las mismas condiciones que el recubrimiento 10. La superficie del recubrimiento es muy homogénea con algunas cavidades y menor cantidad de partículas de forma esférica.

La composición química de los recubrimientos depositados sobre acero inoxidable 316L y los recubrimientos depositados sobre Ti6Al4V, fue determinada mediante la técnica de Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos-X. La Figura 3, muestra el espectro de Energía Dispersiva de Rayos-X del recubrimiento 10, depositado sobre acero inoxidable 316L.

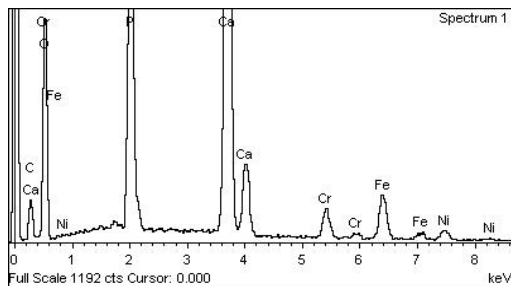


Fig. 3 Energía Dispersiva de Rayos-X del recubrimiento 10, depositado sobre A-316L.

La Figura 4, muestra el espectro de Energía Dispersiva de Rayos-X del recubrimiento 17, depositado sobre Ti6Al4V.

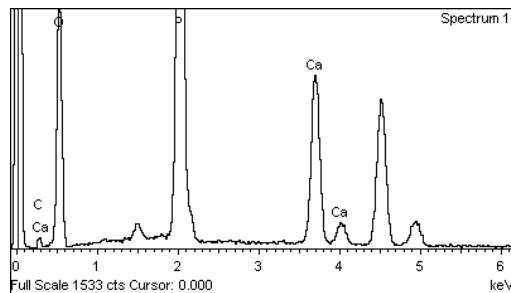


Fig. 4 Energía Dispersiva de Rayos-X del recubrimiento 17, depositado sobre Ti6Al4V.

La Tabla 1, muestra los valores de la razón de Calcio a Fósforo, (Ca/P) de algunos de los recubrimientos obtenidos en este trabajo.

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

| Muestra | Sustrato | % Vol. H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> | Ca/P | Ca/P Promedio |
|---------|----------|---------------------------------------|------|---------------|
| 10      | A-316L   | 5                                     | 1.62 | 0.56 ± 0.35   |
| 14      | A-316L   | 5                                     | 0.35 |               |
| 15      | A-316L   | 5                                     | 0.31 |               |
| 16      | A-316L   | 5                                     | 0.35 |               |
| 19      | A-316L   | 5                                     | 0.31 |               |
| 20      | A-316L   | 5                                     | 0.44 |               |
| 17      | Ti6AL4V  | 5                                     | 0.35 | 0.47 ± 0.16   |
| 18      | Ti6AL4V  | 5                                     | 0.71 |               |
| 21      | Ti6AL4V  | 5                                     | 0.31 |               |

La Figura 5, muestra el patrón de difracción de rayos-X, de los recubrimientos 10, 14, 18 y de los sustratos metalicos sin recubrir de acero 316L y Ti6Al4V.

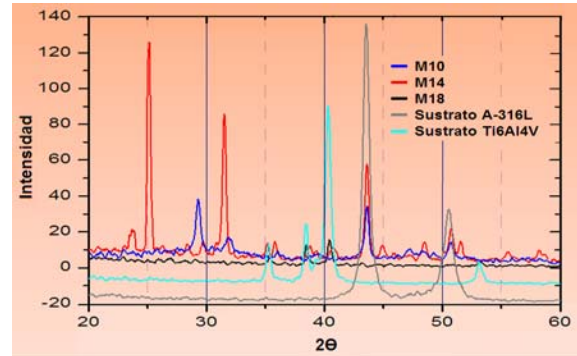


Fig. 5 Patrón de difracción de rayos-X de los recubrimientos 10, 14, 18 y de los sustratos A-316L y Ti6Al4V.

### Conclusiones

Mediante la técnica de Rocío Piroclítico ha sido posible obtener recubrimientos de fosfato de calcio sobre sustratos de acero inoxidable 316L y Ti6Al4V a una temperatura de 525 °C. La morfología de los recubrimientos resultó ser uniforme con la presencia de partículas esféricas y cavidades. Los recubrimientos obtenidos aún no presentan la composición química de la hidroxiapatita (razón Ca/P = 1.67). Los patrones de difracción de rayos-X de los recubrimientos están siendo analizados con el propósito de conocer la(s) fase(s) cristalina(s) presente(s) en los recubrimientos.

### Agradecimientos

Agradecemos a la Secretaria de Investigación y Posgrado del IPN, por el apoyo en el desarrollo del presente trabajo dentro de los proyectos SIP:20101629 y SIP:20101158.

### Referencias

- Byung-Houn Kim, Ju-Hyun Jeong, Yong-Sun Jeon, Kyung-Ok Jeon, Kyu-Seog Hwang. *Ceram. Int.* 33 (2007) 119.
- 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.