

CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DE ALEACIONES PARA IMPLANTES MEDIANTE TÉCNICAS ESPECTROSCÓPICAS Y MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO



Laboratorio de Investigaciones de Metalurgia Física “Ing. Gregorio Cusminsky” (LIMF)

Expositora: Dra. Ing. KANG, Kyun Won

<http://limf.ing.unlp.edu.ar>

limf@ing.unlp.edu.ar

INTRODUCCIÓN

El presente trabajo se enmarca en el estudio de biomateriales implantables de titanio y acero inoxidable con diferentes tratamientos superficiales (mecanizados, blastinizados, pasivados químicos, anodizados, anodizados por plasma químico y combinaciones) con el propósito de desarrollar métodos y estrategias de caracterización superficial, analizando los parámetros que caracterizan cada tratamiento o conjunto de tratamientos a través de técnicas espectroscópicas y microscopía electrónica de barrido. Los resultados obtenidos fueron correlacionados con ensayos de microdureza, adhesión y/o polarización potenciodinámica cíclica. Vale destacar que la mejor combinación de técnicas para caracterizar un biomaterial implantable dependerá del tipo de material, del tratamiento superficial que tenga y de la función que cumplirá como implante.

MÉTODOS

Contar con métodos confiables para caracterizar daños por corrosión y/o tribocorrosión en diversos tipos de componentes y especialmente en implantes ortopédicos, resulta imprescindible para mejorar la calidad y asegurar la integridad de los mismos. Por ello, resulta de gran utilidad disponer de una herramienta de caracterización confiable de *pits* de corrosión mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), ya que la corrosión por picado es un mecanismo de daño muy común y pernicioso en biomateriales y el SEM es una técnica hoy día muy versátil y accesible para el estudio de biomateriales. En este sentido, se evaluaron los errores en las mediciones topográficas en muestras de acero inoxidable 316LVM (*Low Vacuum Melting*) (ASTM F138 y F139/ISO 5832-1) con diferentes tratamientos superficiales, como el blastinado y el pasivado químico, mediante el uso de pares estéreo de imágenes de microscopio electrónico, y los resultados fueron cotejados con mediciones electroquímicas¹.

¹ “Uncertainty studies of topographical measurements on steel surface corrosion by 3D scanning electron microscopy”. Kyung Won Kang, María Dolores Pereda, María Elena Canafoglia, Pablo Bilmes, Carlos Llorente, Rita Bonetto. *Micron* 43 (2012) 387–395.

Los resultados obtenidos en el estudio indican que se puede alcanzar valores precisos de sus profundidades en el intervalo de 30-150µm. Las diferencias relativas entre los valores de altura obtenidos mediante estereometría y los obtenidos a partir de una sección transversal son menores al 7% en dicho intervalo. No obstante, los errores relativos pueden ser incluso menores si se utilizan mayores magnificaciones y ángulos de inclinación, sobre todo cuando las profundidades son pequeñas (menores a 30µm) y es necesario reconstruir el perfil completo del *pit* de corrosión. Además, se logró poner a punto la técnica de los pares estéreo en *pits* de corrosión generados en biomateriales y contrastar los resultados obtenidos con un método electroquímico.

Por otro lado, la caracterización de la topografía superficial es fundamental en los biomateriales ya que determina el desempeño de los implantes, sobre todo de los dentales.

Una de las maneras ampliamente utilizadas para caracterizar la topografía es a partir de la rugosidad. La rugosidad de una superficie se describe apelando a distintos conjuntos de parámetros, entre los cuales se encuentran los funcionales y los de amplitud. La utilidad de cada parámetro es motivo de estudio en el abordaje de una nueva aplicación y la correcta elección de los parámetros más significativos depende de las características del tratamiento superficial utilizado y del objetivo del estudio realizado.

De acuerdo con lo expresado, se estudiaron superficies de aceros inoxidables 316LVM y de titanio c.p. ASTM Grado 4 sometidas a diversos tipos de tratamientos, dentro de los cuales se encuentran el mecanizado, blastinado, anodizado por plasma químico y pasivado químico. Estos estudios se realizaron a partir del análisis, mediante el programa "EZEImage", de los parámetros de rugosidad obtenidos mediante la técnica de pares estéreo de imágenes de microscopía electrónica de barrido, en combinación con ensayos de microdureza, adhesión y polarización potenciodinámica cíclica.

En lo que respecta a los biomateriales de aceros inoxidables, la correlación de resultados de rugosidad con ensayos de microdureza y polarización potenciodinámica cíclica, evidenció que el tratamiento de blastinado debe llevarse a cabo bajo condiciones controladas para obtener propiedades superficiales y subsuperficiales similares y que un pasivado químico (en determinadas condiciones) posterior al blastinado permite incrementar la resistencia al picado de las muestras blastinadas².

En la figura 1 se pueden observar imágenes de SEM de la sección transversal de las muestras blastinadas a 30 segundos (B30s) y a 2 minutos (B2m). En cuanto a los biomateriales de titanio mecanizados con tratamientos de blastinado y/o anodizado por plasma químico, los resultados de rugosidad en combinación con ensayos de microdureza y adhesión, revelaron que la rugosidad que genera el blastinado favorecería la adherencia sustrato-recubrimiento y que la superficie es alterada por el uso y la degradación de los insumos utilizados para la realización de los tratamientos superficiales³. En la figura 2 se pueden observar las imágenes de SEM de la topografía superficial de las muestras blastinada y anodizada por plasma químico.

² "Blasting and passivation treatments for ASTM F139 stainless steel for biomedical applications: Effects on surface roughness, hardening and localized corrosion". Adriana Lemos Barboza, Kyung Won Kang, Rita D. Bonetto, Carlos L. Llorente, Pablo D. Bilmes, Claudio A. Gervasi. Journal of Materials Engineering & Performance 24 (2015) 175-184.

³ "Caracterización superficial y transversal de implantes dentales de titanio blastinados y anodizados por plasma químico". Adriana Lemos, Agustín Cerliani, Kyung Won Kang, Juan Echarri, Carlos Llorente, Pablo Bilmes, Nicolás Scarano, Luciano Borasi. XI Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica CIBIM 2013. Páginas 1108-1117 de las Actas del XI Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica CIBIM 2013 – TRABAJOS COMPLETOS PARTE 1. E-Book, ISBN 978-950-34-1025-7.

Finalmente, debido a que los implantes de titanio y sus aleaciones presentan diferentes capas superficiales de óxidos que pueden optimizar el desempeño de estos biomateriales, se desarrolló un método para determinar espesores de óxido de titanio en el intervalo de interés de los implantes dentales y ortopédicos a partir de espectros de rayos X obtenidos mediante la técnica de microanálisis con sonda de electrones (EPMA). Para el estudio de las capas de óxido generadas mediante anodizado, la intensidad de la línea característica $K\alpha$ del oxígeno fue relacionada con el espesor correspondiente. Debido a una alteración local del material causada por el haz de electrones, fue necesario efectuar una recalibración mediante la técnica de espectroscopía de retrodispersión de Rutherford (RBS). En este método se registró la intensidad $K\alpha$ del oxígeno, la cual fue relacionada con el espesor correspondiente. El método es útil para espesores de óxido de titanio en el intervalo de interés de los implantes dentales y ortopédicos (10 a 100 nm), y podría extenderse a mayores espesores seleccionando adecuadamente la energía del haz de electrones⁴.

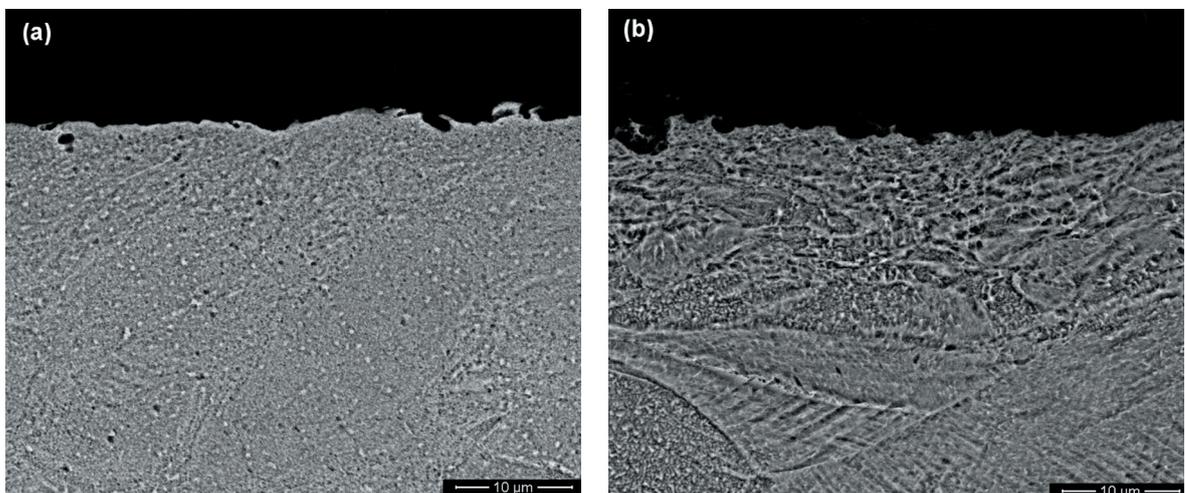


Figura 1. Imágenes SEM de la sección transversal de las muestras (a) B30s y (b) B2m

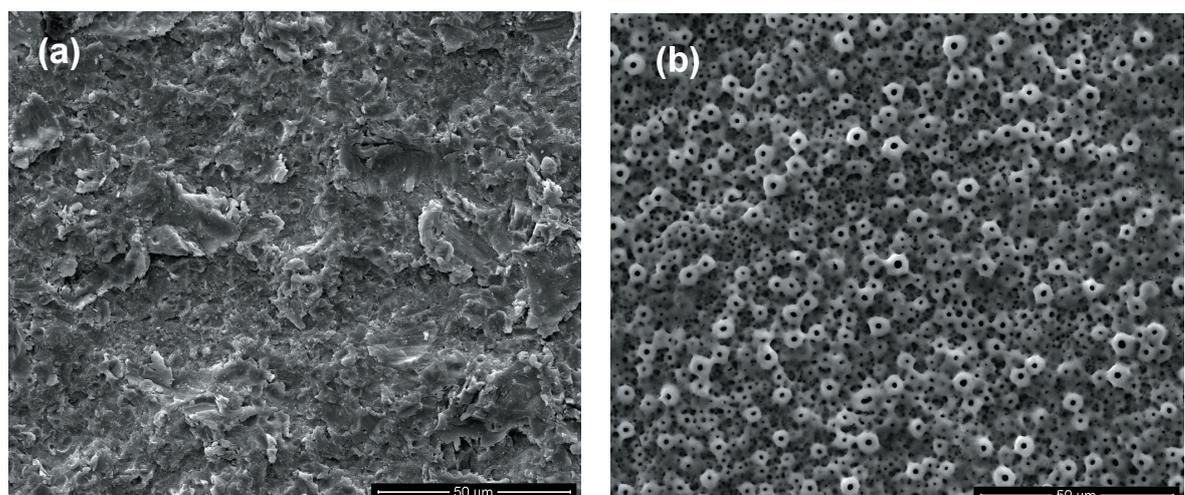


Figura 2. Imágenes SEM de la topografía superficial de la muestra (a) blastinizada y (b) anodizada por plasma químico

⁴ "Thickness determination of anodic titanium oxide films by electron probe microanalysis". Kyung Won Kang, Silvina Limandri, Gustavo Castellano, Sergio Suárez, Jorge Trincavelli. Materials Characterization 130 (2017) 50–55.

En la tabla 1 se pueden observar los espesores obtenidos para los distintos voltajes de anodizado con EPMA y RBS.

AV (Volt)	Espesor (nm)		Diferencia relativa
	RBS	EPMA-RBS	
5	8(2)	9(3)	13%
10	15(3)	13(3)	13%
15	21(3)	22(4)	5%
20	38(4)	36(5)	5%
25	49(7)	51(6)	4%
50	94(7)	97(13)	3%
70	130(10)	130(20)	0%
90	164(4)	150(30)	9%

Tabla 1. Espesores obtenidos para los distintos voltajes de anodizado con EPMA y RBS. Los números entre paréntesis corresponden a los errores en las últimas cifras significativas