

Biomecánica, 8 (1), 2000, pp. 49-53

Caracterización de recubrimientos de hidroxiapatita depositadas sobre la aleación Ti6Al7Nb a través de aspersión térmica a plasma

CECÍLIA A. DE CARVALHO ZAVAGLIA, R F SILVA, J A SANTOS, CARMO ROBERTO PELLICIARI DE LIMA
Departamento de engenharia de materiais - Faculdade de engenharia Mecânica / UNICAMP

Summary

Hydroxyapatite (HA) coated onto titanium alloys by atmospheric plasma-arc spraying is a promising technique for improving biocompatibility of materials. The tissue adherence to the HA coating increases when compared to the provided by the natural environment of the human body. Hydroxyapatite coating applied to a Ti-6Al-7Nb alloy substrate by plasma spray was characterized morphologically via Scanning Electron Microscopy (SEM) and X-Ray diffraction. X-Ray diffraction results of the HA layer indicated the presence of crystalline HA, amorphous phase and another constituents, like tricalcium phosphate (TCP) and calcium oxide. However, after annealing at a temperature of 600°C there was recrystallisation of the amorphous phase and transformation of some of the TCP to HA. SEM results revealed a lamellar morphology which is typical of plasma sprayed surfaces. The HA/alloy interface exhibited some irregularities, however these are not present in the majority of the interfacial area.

Keywords: plasma spray, hydroxyapatite, titanium alloy, biomaterials, biocompatibility

Introducción

Este trabajo tiene como objetivo la obtención y caracterización de recubrimientos de hidroxiapatita sobre sustrato metálico: aleación titanio-aluminio-niobio (Ti-6Al-7Nb). Para la obtención de estos recubrimientos se optó por utilizar la técnica plasma-spray, que viene siendo grandemente estudiada debido a la buena calidad de los recubrimientos obtenidos^{1,2}. Prótesis metálicas revestidas parcialmente por hidroxiapatita, presentan fuerte unión en la interface implante – hueso. “Plasma-Spray” es una técnica de aspersión térmica más utilizada actualmente para obtener recubrimientos de

hidroxiapatita sobre sustrato metálico. La aspersión envuelve el calentamiento de las partículas de polvo de HA y su aceleración, en el estado fundido o semi-fundido, en dirección al sustrato. Debido a la elevada velocidad de enfriamiento en que las partículas de polvo están sujetas en el momento en que adhieren al sustrato, la hidroxiapatita no tiene el tiempo suficiente para recrystalizarse completamente, habiendo presencia de una fracción amorfa en la recubrimiento; por otro lado, se forma también algunos productos indeseables, como por ejemplo CaO e TCP (tricálcio-fosfato)^{3,4}. Tensiones internas generadas en el recubrimiento debido a la contracción durante el enfriamiento pueden comprometer la calidad del recubrimiento, puesto que fisuras pueden surgir en la interface metal/cerámica⁵.

Materiales y métodos

Para la deposición se utilizó un equipo de plasma marca METCO, modelo 3MBII y los parámetros de deposición se encuentran en la Tabla 1; tales parámetros tienen importancia fundamental en la

Correspondencia:

Dra. Cecilia Amélia de Carvalho Zavaglia
Departamento de Engenharia de Materiais
Faculdade de Engenharia Mecânica / UNICAMP
Caixa Postal: 6122 – Campinas – SP – CEP 13083-970
Fax. (55) 19- 239.3722
zavagl@fem.unicamp.br

Tabla 1. Parámetros de la deposición de HA en la aleación Ti-6Al-7Nb.

Parámetros de la deposición de HA en la aleación Ti-6Al-7Nb	
Potencia	29,25 KW
Tensión	65 V
Corriente	450 A
Flujo de gas primario (Argonio)	80 (Flujometro METCO)
Flujo de gas secundario (Hidrogenio)	15 (Flujometro METCO)
Presión de gas primario (Argonio)	100 psi
Presión de gas secundario (Hidrogenio)	50 psi
Distancia de aplicación	65 mm
Granulometría del polvo (Hidroxiapatita)	45 - 125 μ m

deposición. Se realizó tratamiento térmico posterior a la deposición para recuperar la cristalinidad de la HA. El material fue mantenido durante una hora a la temperatura de 600°C, temperatura suficiente para que ocurra la recristalización. Un tiempo de tratamiento mayor que una hora lleva a un aumento excesivo del tamaño de grano, en detrimento de las propiedades mecánicas del material depositado. En este trabajo, fue utilizado microscopio electrónico de barrido para evaluar la microestructura del recubrimiento de hidroxiapatita obtenidos por aspersión térmica, "Plasma-Spray". Se constató que los recubrimientos presentan una estructura típica del proceso de aspersión térmica utilizado, o sea, sobreposición de laminas, partículas no fundidas, e porosidad. Difractogramas de Rayos-X muestran ligera pérdida de cristalinidad, bien como decomposición de la hidroxiapatita en otras estructuras de fosfato de calcio después de la aspersión térmica. Se debe enfatizar que el tratamiento térmico del recubrimiento demostró ser un medio eficaz de recuperar la cristalinidad de la hidroxiapatita depositada.

Resultados y conclusiones

Se puede comprobar a través de los difractogramas (Figuras de 1 a 3) que la hidroxiapatita realmente se descompone durante el proceso de aspersión térmica, mas recupera su cristalinidad con el tratamiento térmico posterior. Con todo, se verificó que la cantidad de otras estructuras presentes en el recubrimiento antes del tratamiento térmico es muy pequeña. Además se observa el apareamiento de fase amorfa en el recubrimiento.

Las micrografías del recubrimiento de hidroxiapatita (Figuras de 4 a 9) obtenidas en este trabajo, son similares a aquellas presentes en la literatura técnico-científica. Se puede verificar que el recubrimiento depositado presenta un nivel de porosidad compatible con lo esperado. La presen-

cia de porosidad es deseable en este tipo de recubrimiento, pues, eso garantiza el crecimiento óseo (osteointegración).

Durante el proceso metalográfico, partículas son retiradas del recubrimiento, generando porosidad. Luego es deseable que se desenvuelva un método metalográfico que promueva la menor retirada posible de partículas de hidroxiapatita del depósito durante el corte, lijado y pulido de las muestras. Además es recomendable la aplicación de un método de caracterización que posibilite diferenciar la porosidad inducida por el proceso de aspersión térmica de aquella provocada por la práctica metalográfica.

En la regiones de la interface donde no se constató la adhesión de películas de hidroxiapatita puede que haya ocurrido el desprendimiento de películas, debido a las tensiones que resultan del proceso de aspersión térmica; como la HA y el sustrato presentan coeficientes de dilatación térmica diferentes, después del resfriamiento hay tensión en la interface. Otra posibilidad es de que mismo haya ocurrido la adhesión, parte del recubrimiento ha sido retirado durante el corte de la muestra.

Se verificó que el tratamiento térmico posibilita la recristalización de la hidroxiapatita que se encontraba en la fase amorfa, bien como disminuyó la cantidad de otras estructuras de fosfato de calcio que estaban presentes en el recubrimiento.

Se observa que los parámetros utilizados para la aspersión del polvo de hidroxiapatita conducen a un recubrimiento de buena calidad, referente a característica cristalográfica, o sea, el recubrimiento posee una elevada cristalinidad.

El tratamiento térmico utilizado comprobó ser un medio eficaz para aumentar la cristalinidad del recubrimiento obtenidos por el proceso "plasma-spray", en vista que, el recubrimiento antes del tratamiento térmico ya presentaba elevada cristalinidad, el tratamiento térmico garantizó el aumento de esa cristalinidad.

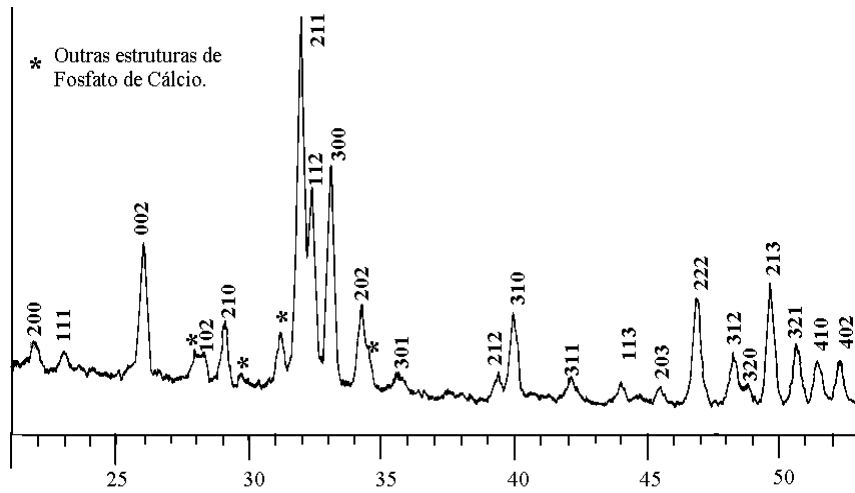


Figura 1. Difractograma del polvo de hidroxiapatita.

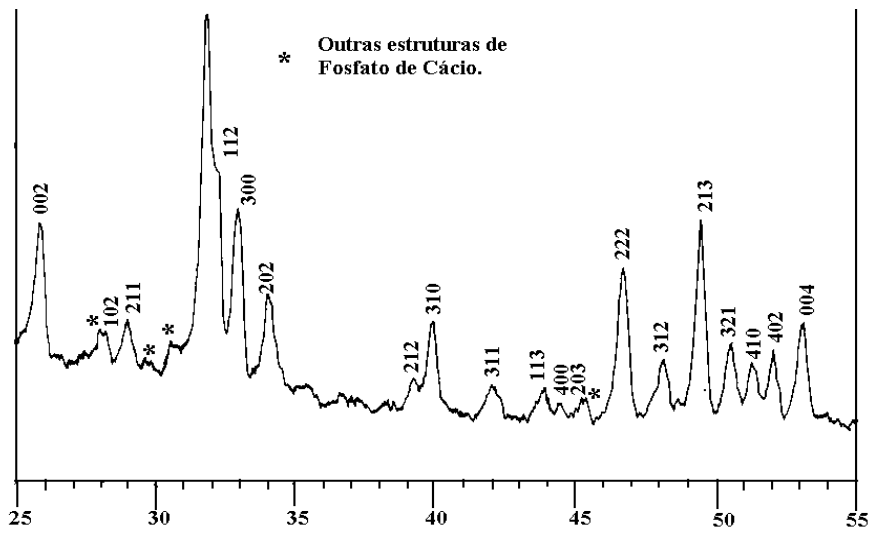


Figura 2. Difractograma del revestimiento de hidroxiapatita antes del T. Térmico.

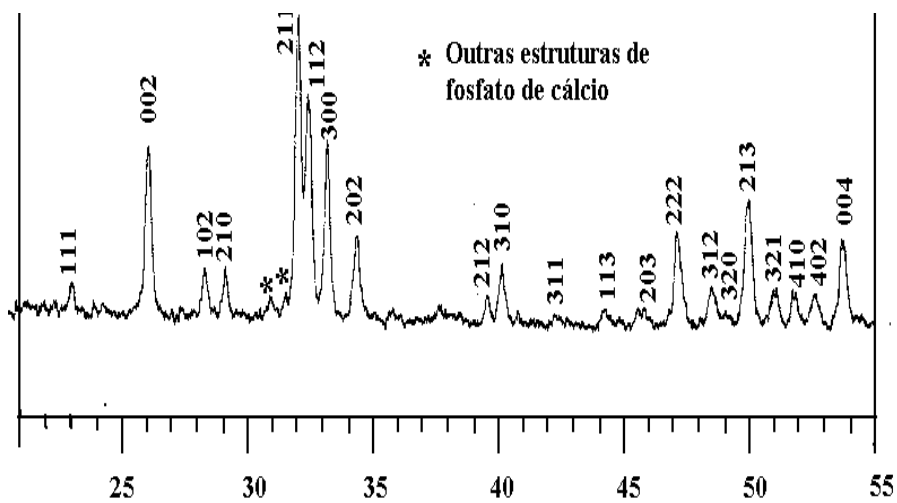


Figura 3. Difractograma del revestimiento de hidroxiapatita después del T. Térmico.

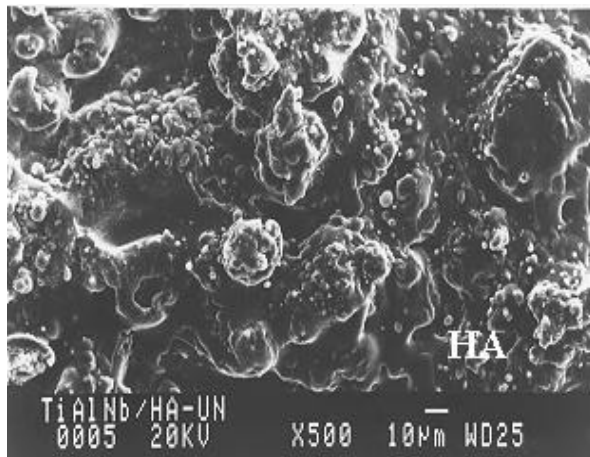


Figura 4. Microestructura de la superficie del revestimiento de HA antes do T. Térmico.



Figura 7. Microestructura de la superficie del revestimiento de HA después del T. Térmico.

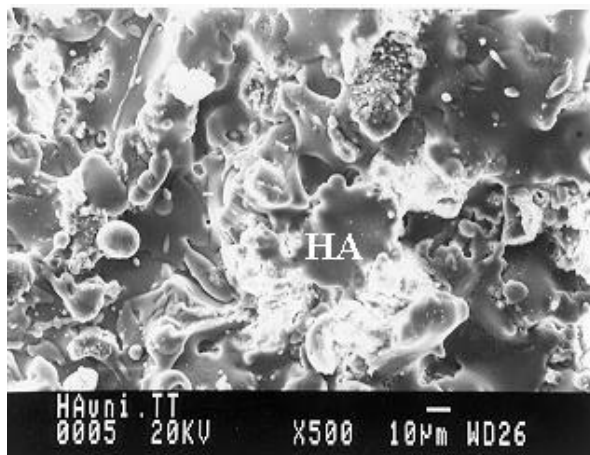


Figura 5. Microestructura de la superficie del revestimiento de HA después T. Térmico.

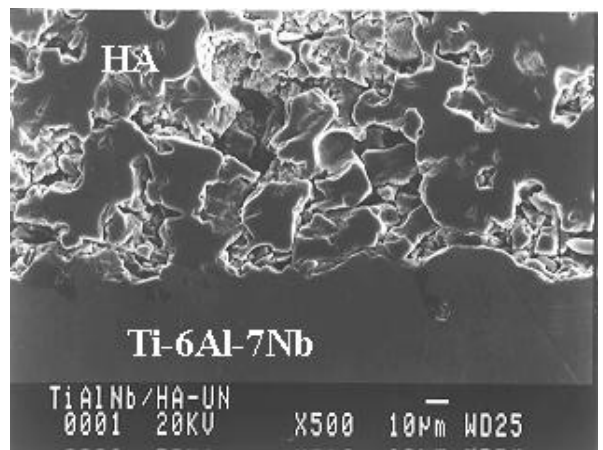


Figura 8. Interface Liga Ti-6Al-7Nb/HA antes del T. Térmico.

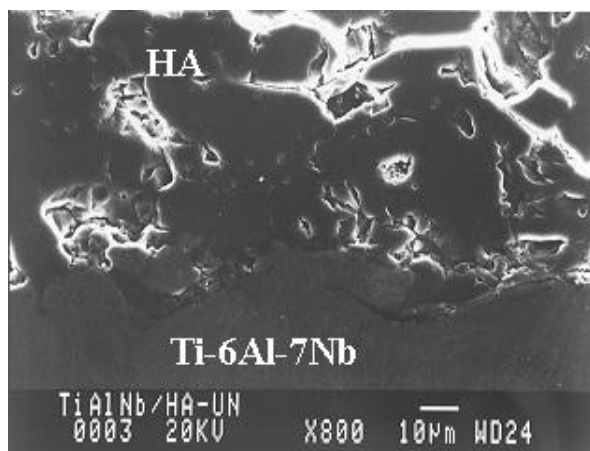


Figura 6. Interface Liga Ti-6Al-7Nb / HA antes del T. Térmico.

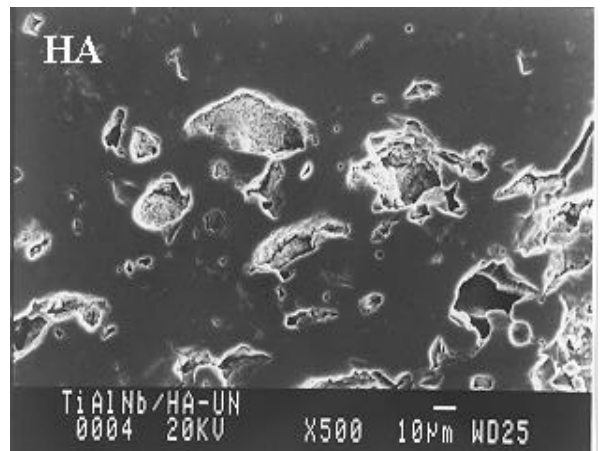


Figura 9. Microestructura del revestimiento de hidroxiapatita, antes del T. Térmico.

Con relación a la microestructura, se puede verificar que el recubrimiento presenta una microestructura típica, o sea, presencia de poros y partículas no fundidas. Com todo, en el trabajo no fue evaluado la cantidad bien como el tamaño de los poros presentados por el recubrimiento. Se sugiere que en trabajos futuros se dé mayor atención a ese detalle, puesto, que en caso el depósito presente um número exagerado de poros, las propiedades mecánicas pueden ser comprometidas.

Bibliografía

1. **Jiyong Chen, J.G.C. Wolke and K. de Groot;** Microstructure and crystallinity in hidroxyapatite coating; *Biomaterials* -1994, vol. 15 n° 5, pp 396-399.
2. **Zavaglia, C. A. C.,** Aplicações de Biocerâmica em Próteses Ortopédicas, Tese de Livre Docência, FEM-UNICAMP, 1993.
3. **Lin, J. H. Chern; Liu, M. L.; Ju, C. P.** Structure and properties of hydroxyapatite-bioactive glass composites plasma sprayed on Ti6Al4V; *Journal of Materials Science: Materials in medicine-1994*, pp 279-283.
4. **Liu, D. M.; Chou, H. M.; Wu, J. D.** Plasma-Sprayed hydroxyapatite coating: effect of different calcium phosphate ceramics; *Journal of Materials Science: Materials in medicine-1994*, pp 147-153.
5. **Bergmann, Carlos Pérez.** Projeção por plasma de camadas cerâmicas sobre substratos cerâmicos - influência das tensões térmicas residuais sobre a aderência final; *Anais do 9° CBECIMAT*, pp 118-122.