



**INFLUENCIA DE LOS TRATAMIENTOS SUPERFICIALES DE ATAQUE ÁCIDO  
Y ANODIZADO EN EL COMPORTAMIENTO A FATIGA DEL Ti c.p. Y EL  
Ti-6Al-4V PARA IMPLANTES DENTALES**

**DYANE JEANNETTE PÉREZ NIETO**

UNIVERSIDAD DEL NORTE  
DIVISIÓN DE CIENCIAS BÁSICAS  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA  
BARRANQUILLA  
2012



**INFLUENCIA DE LOS TRATAMIENTOS SUPERFICIALES DE ATAQUE ÁCIDO  
Y ANODIZADO EN EL COMPORTAMIENTO A FATIGA DEL Ti c.p. Y EL  
Ti-6Al-4V PARA IMPLANTES DENTALES**

Trabajo de grado para optar al título de  
Magíster en Física Aplicada.

Presentado por:  
**DYANE JEANNETTE PÉREZ NIETO**

Director:  
**Ph.D JORGE BRIS CABRERA**  
Universidad del Norte

Co-Director:  
**Ph.D JUAN JOSÉ PAVÓN PALACIO**  
Universidad de Antioquia

UNIVERSIDAD DEL NORTE  
DIVISIÓN DE CIENCIAS BÁSICAS  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA  
BARRANQUILLA  
2012

## AGRADECIMIENTOS

Me dediqué a escribir esta parte del documento al finalizar toda la escritura, no porque careciera de importancia, sino todo lo contrario, porque quería tomarme el tiempo suficiente para escribir y agradecer a todas las personas que colaboraron con el desarrollo de este proyecto, y también agradecer a algunas de las personas que contribuyeron con mi formación personal y académica, digo algunas, porque si escribiera a todas no terminaría. En este momento desconozco si continuaré mis estudios doctorales, sin embargo, me siento afortunada e infinitamente agradecida con Dios y con mi familia por haber llegado hasta aquí; a la Negris, a “Don Efra” por su amor, su apoyo y ejemplo constante, a mis hermanos Beto y Fran, a mi sobrinito por darme tanta felicidad. Gracias por todos estos años juntos, gracias por apoyarme en cada una de mis decisiones y gracias también por haberme demostrado a mi misma que es posible lograr todo aquello con lo que soñamos.

Al iniciar este trabajo, hace aproximadamente un año, no imaginé todas las cosas buenas que llegarían a mi vida; todo lo nuevo que iba a aprender, las personas que iba a conocer, los lugares que iba a visitar y el progreso personal que iba a obtener, sin mencionar que este proyecto me permitió descubrir que los biomateriales son la línea de investigación que quiero seguir el resto de mi vida como investigadora. Nada de esto hubiera sido posible sin el apoyo y el voto de confianza del profesor Jorge Bris, director de este proyecto; agradezco toda su colaboración, diligencia y motivación constante para concluir esta investigación. Agradezco también al profesor Juan José Pavón de la universidad de Antioquía, codirector de este trabajo, por su dedicación, por sus enriquecedores comentarios, por su disponibilidad y acompañamiento, gracias por darme la oportunidad de trabajar en su grupo de investigación. Al personal del laboratorio de la universidad del Norte: Adolfo, Lucho, a Eliana por facilitar los equipos y priorizar mis turnos de trabajo, a George mi compañero de fatiga por toda su colaboración para aprender a manejar la máquina, por auxiliarme cuando tenía problemas, por nuestras largas conversaciones filosóficas, a Yenny por darme ánimo y brindarme su amistad sincera, a César Álvarez por su ayuda en la estructuración inicial del trabajo. A mi amiga Sandra de la universidad de Antioquia, gracias, por su orientación, por su tiempo y paciencia en el análisis de los resultados. Al Profesor William López por ayudar en mi formación personal y académica, por creer en mi trabajo, siempre estaré agradecida con Dios por haberlo puesto en mi camino, al profesor Ismael Gutiérrez del departamento de matemáticas de la universidad del Norte, por su amistad y sus palabras positivas en tiempos de dificultad.

Y finalmente gracias a María Isabel Pérez, por ser parte fundamental de mi vida, a todos mis profesores y compañeros de la Maestría en Física Aplicada de la Universidad del Norte, en especial a Jagger Rivera, Juan Domínguez y Melba Cuervo, este logro en mi vida fue más fácil con todos ustedes y gracias a Marco Santos por darme tantos momentos felices y por hacerme más fuerte.

## TABLA DE CONTENIDO

LISTA DE FIGURAS .....	1
LISTA DE TABLAS .....	4
RESUMEN .....	6
1. INTRODUCCIÓN .....	7
2. ESTADO ACTUAL DEL CONOCIMIENTO .....	9
2.1 Materiales Utilizados En La Fabricación De Implantes Dentales .....	9
2.2 Calidad Superficial Del Implante Dental.....	10
2.3 El Titanio Y Sus Aleaciones En La Implantología Dental .....	11
2.3.1 Microestructuras del Ti c.p.....	14
2.3.2 Propiedades Fisicoquímicas del Ti c.p. ....	15
2.3.3 Propiedades Mecánicas del Ti.....	16
2.4 La aleación Ti-6Al-4V.....	18
2.4.1 Microestructuras del Ti-6Al-4V.....	18
2.4.1.1 Microestructura Equiaxial.....	18
2.4.1.2 Microestructura Martensítica .....	19
2.4.1.3 Microestructura laminar o de Widmanstätten.....	20
2.4.1.4 Microestructura Bimodal.....	21
2.5 Tratamientos superficiales para mejorar las propiedades del Ti c.p. y sus aleaciones .....	21
2.5.1 Métodos químicos.....	22
2.5.1.1 Ataque ácido.....	23
2.5.1.2 Tratamiento electroquímico de anodizado .....	23
2.6 Comportamiento a Fatiga del Ti c.p. y el Ti-6Al-4V.....	25
3. MATERIALES Y MÉTODOS.....	31
3.1 Material Estudiado.....	31
3.2 Aplicación del tratamiento superficial de Ataque ácido.....	33
3.3 Aplicación del tratamiento superficial de Anodizado.....	34
3.4 Microscopia Electrónica De Barrido .....	35
3.5 Rugosímetro de Contacto .....	35
3.6 Caracterización mecánica bajo cargas monotónicas.....	36
3.7 Caracterización mecánica bajo cargas cíclicas.....	37

4.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	40
4.1	ANÁLISIS DE LA RUGOSIDAD .....	40
4.1.1	Inspección visual .....	40
4.2	ANÁLISIS CUALITATIVO DE LA RUGOSIDAD (SEM) .....	41
4.2.1	Microscopía Electrónica de Barrido para el Ti c.p. ....	42
4.1.2	Microscopía Electrónica de Barrido para el Ti-6Al-4V.....	46
4.3	ANÁLISIS CUANTITATIVO DE LA RUGOSIDAD (Perfilometría de contacto) .....	52
4.3.1	Análisis cuantitativo de la rugosidad para el Ti c.p. ....	52
4.2.2	Análisis cuantitativo de la rugosidad para el Ti-6Al-4V .....	55
4.4	COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE LOS MATERIALES .....	59
5.	CONCLUSIONES .....	79
6.	TRABAJOS FUTUROS .....	80
7.	REFERENCIAS.....	81

## LISTA DE FIGURAS

- Fig. 2.1** Representación de diagramas de equilibrio del Ti.  
**Fig. 2.2** Microestructuras del Ti c.p.  
**Fig. 2.3** Microestructura Mill-Annealed del Ti-6Al-4V.  
**Fig. 2.4** Microestructura Duplex del Ti-6Al-4V.  
**Fig. 2.5** Microestructura Martensítica del Ti-6Al-4V.  
**Fig. 2.6** Microestructura Widmanstätten del Ti-6Al-4V.  
**Fig. 2.7** Microestructura Bimodal del Ti-6Al-4V.  
**Fig. 2.8** Esquema representativo de una celda electrolítica para el tratamiento superficial de anodizado.  
**Fig. 2.9** Colores característicos obtenidos después del anodizado del Ti c.p.  
**Fig. 2.10** Diagrama S-N o diagrama de Wöhler  
**Fig. 2.11** Variaciones sinusoidales del esfuerzo con respecto al tiempo.  
**Fig. 2.12** Curvas S-N de un acero para diferentes valores de relación de esfuerzos “R”.  
**Fig. 2.13** Resistencia a la fatiga de aleaciones de Ti y otros materiales a  $10^7$  ciclos bajo cargas cíclicas uniaxiales y de flexión.  
**Fig. 2.14** Curvas S-N para diferentes microestructuras del Ti-6Al-4V obtenidas en fatiga por flexión rotativa en aire.  
**Fig. 2.15** Curvas S-N para el Ti-6Al-4V ELI y acero inoxidable SUS 316L obtenida en fatiga por flexión rotativa, en aire y solución ringer.  
**Fig. 2.16** Variación del comportamiento a fatiga con el contenido de elementos intersticiales.  
**Fig. 3.1** Microestructura equiaxial del Ti c.p. correspondiente al material en estado de suministro.  
**Fig. 3.2** Microestructura mill-annealed del Ti-6Al-4V correspondiente al material en estado de suministro.  
**Fig. 3.3** Geometría de las probetas ensayadas.  
**Fig. 3.4** Material cortado y pulido.  
**Fig. 3.5** Probetas de Ti c.p. y Ti-6Al-4V sumergidas en concentración de HF.  
**Fig. 3.6** Montaje experimental para el tratamiento superficial de anodizado.  
**Fig. 3.7** Probetas después del tratamiento superficial de anodizado.  
**Fig. 3.8** Microscopio electrónico de barrido Jeol JSM-6490LV  
**Fig. 3.9** Montaje medición de rugosidad con rugosímetro Mitutoyo SJ-201P  
**Fig. 3.10** Máquina universal de ensayos Shimadzu AG-I  
**Fig. 3.11** Máquina de fatiga MTS Landsmark.  
**Fig. 4.1** Aspecto macroscópico de probetas de Ti c.p. grado 2 atacadas químicamente con HF y anodizadas: a) 4V X 2min b) 18V X 15min.  
**Fig. 4.2** Aspecto macroscópico de probetas de Ti-6Al-4V atacadas químicamente con HF y anodizadas: a) 4V X 2min b) 18V X 15min.  
**Fig. 4.3** Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF (X1.500)  
**Fig. 4.4** Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF (X1.100)  
**Fig. 4.5** Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF (X550)  
**Fig. 4.6** Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF (X550)  
**Fig. 4.7** Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X550)  
**Fig. 4.8** Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X150)  
**Fig. 4.9** Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 18V (X2.200)  
**Fig. 4.10** Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 18V (X2.200)  
**Fig. 4.11** Micrografía SEM de Ti-6Al-4V atacada con HF (X2.200)  
**Fig. 4.12** Micrografía SEM de Ti-6Al-4V atacada con HF (X2.200)

- Fig. 4.13** *Micrografía SEM de Ti-6Al-4V grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X4.500)*
- Fig. 4.14** *Micrografía SEM de Ti-6Al-4V grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X22.000)*
- Fig. 4.15** *Micrografía SEM de Ti-6Al-4V grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X1.100)*
- Fig. 4.16** *Micrografía SEM de Ti-6Al-4V grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X1.100)*
- Fig. 4.17** *Micrografía SEM de Ti-6Al-4V grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X1.600)*
- Fig. 4.18** *Micrografía SEM de Ti-6Al-4V grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X2.200)*
- Fig. 4.19** *Micrografía SEM de Ti-6Al-4V grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 18V (X2.200)*
- Fig. 4.20** *Micrografía SEM de Ti-6Al-4V grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 18V (X1.600)*
- Fig. 4.21** *Representación grafica de los valores de Ra para el Ti c.p. bajo las diferentes condiciones superficiales.*
- Fig. 4.22** *Representación grafica de los valores de PC para el Ti c.p. bajo las diferentes condiciones superficiales.*
- Fig. 4.23** *Representación grafica de los valores de HSC para el Ti c.p. bajo las diferentes condiciones superficiales.*
- Fig. 4.24** *Representación grafica de los valores de Ra para el Ti-6Al-4V bajo las diferentes condiciones superficiales.*
- Fig. 4.25** *Representación grafica de los valores de PC para el Ti-6Al-4V bajo las diferentes condiciones superficiales.*
- Fig. 4.26** *Representación grafica de los valores de HSC para el Ti-6Al-4V bajo las diferentes condiciones superficiales.*
- Fig. 4.27** *Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. en estado de suministro.*
- Fig. 4.28** *Fractura de una probeta de Ti c.p. en estado de suministro.*
- Fig. 4.29** *Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el limite a fatiga del Ti c.p. +HF*
- Fig. 4.30** *Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF y anodizado a 4V.*
- Fig. 4.31** *Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF y anodizado a 18V.*
- Fig. 4.32** *Fractura de una probeta de Ti c.p. +HF y anodizada a 18V X 15 min.*
- Fig. 4.33** *Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti6Al4V en estado de suministro*
- Fig. 4.34** *Fractura de una probeta de Ti6Al4V en estado de suministro.*
- Fig. 4.35** *Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti6Al4V + HF.*
- Fig. 4.36** *Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti6Al4V + HF anodizado a 4V.*
- Fig. 4.37** *Factor de superficie en función de la rugosidad y la resistencia última.*
- Fig. 4.38** *Curva de nanoindentación para superficies libres de tensiones residuales, y con tensiones de compresión y de tensión.*
- Fig. 4.39** *Montaje Microscopío de Fuerza Atómica Universidad de los Andes.*
- Fig. 4.40** *Resultados de ensayos de nanoindentación en Ti c.p. realizados en el borde (superficie) y el centro de la muestra.*

**Fig. 4.41** *Huella dejada por el nanoindentador en el centro de la muestra.*

**Fig. 4.42** *Huella dejada por el nanoindentador en el borde de la muestra.*

**Fig. 4.43** *Huellas mediciones de microdureza en la superficie de la muestra.*

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla 2.1</b>	<i>Ensayos biológicos para dispositivos médicos de acuerdo con la norma ISO 10993.</i>
<b>Tabla 2.2</b>	<i>Principales propiedades físicas del Ti.</i>
<b>Tabla 2.3</b>	<i>Características importantes del Ti comparado con otros materiales.</i>
<b>Tabla 2.4</b>	<i>Clasificación de las aleaciones de Ti.</i>
<b>Tabla 2.5</b>	<i>Clasificación y composición del Ti c.p. según la norma ASTM F6700.</i>
<b>Tabla 2.6</b>	<i>Valores de las propiedades mecánicas de aleaciones de Ti usadas en aplicaciones dentales.</i>
<b>Tabla 2.7</b>	<i>Propiedades mecánicas del Ti y aleaciones usadas en aplicaciones biomédicas.</i>
<b>Tabla 2.8</b>	<i>Propiedades mecánicas de otros materiales utilizados en implantes dentales.</i>
<b>Tabla 2.9</b>	<i>Composición del Ti-6Al-4V.</i>
<b>Tabla 2.10</b>	<i>Tratamientos de modificación superficial para implantes de Ti y sus aleaciones.</i>
<b>Tabla 3.1</b>	<i>Composición química nominal del Ti c.p. grado 2 según la norma ASTM f-67-06.</i>
<b>Tabla 3.2</b>	<i>Composición química del Ti-6Al-4V según la norma ASTM f-136-08e1.</i>
<b>Tabla 4.1</b>	<i>Relación entre el voltaje aplicado, coloración y espesor de la película de óxido en probetas de Ti c.p.</i>
<b>Tabla 4.2</b>	<i>Valores promedio, desviación y error estándar de los parámetros de rugosidad para el Ti c.p. con tratamientos superficiales de HF y anodizado.</i>
<b>Tabla 4.3</b>	<i>Valores promedio y error del parámetro de altura Ra para el Ti c.p. bajo las condiciones superficiales.</i>
<b>Tabla 4.4</b>	<i>Valores promedio y error del parámetro Rq para el Ti c.p. bajo las diferentes condiciones superficiales.</i>
<b>Tabla 4.5</b>	<i>Valores promedio y error del parámetro Ry para el Ti c.p. bajo las diferentes condiciones superficiales.</i>
<b>Tabla 4.6</b>	<i>Valores promedio y error del parámetro Rz para el Ti c.p. bajo las diferentes condiciones superficiales.</i>
<b>Tabla 4.7</b>	<i>Valores promedio y error del parámetro de espaciamento PC para el Ti c.p. con los diferentes tratamientos superficiales.</i>
<b>Tabla 4.8</b>	<i>Valores promedio y error del parámetro de espaciamento HSC para el Ti c.p. con los diferentes tratamientos superficiales.</i>
<b>Tabla 4.9</b>	<i>Valores promedio, desviación y error estándar de los parámetros de rugosidad para el Ti-6Al-4V con tratamientos superficiales de HF y anodizado.</i>
<b>Tabla 4.10</b>	<i>Valores promedio y error del parámetro de altura Ra para el Ti-6Al-4V bajo las condiciones superficiales.</i>
<b>Tabla 4.11</b>	<i>Valores promedio y error del parámetro de altura Rq para el Ti-6Al-4V bajo las condiciones superficiales.</i>
<b>Tabla 4.12</b>	<i>Valores promedio y error del parámetro de altura Ry para el Ti-6Al-4V bajo las condiciones superficiales.</i>
<b>Tabla 4.13</b>	<i>Valores promedio y error del parámetro de altura Rz para el Ti-6Al-4V bajo las condiciones superficiales.</i>
<b>Tabla 4.14</b>	<i>Valores promedio y error del parámetro de espaciamento PC para el Ti-6Al-4V con los diferentes tratamientos superficiales.</i>
<b>Tabla 4.15</b>	<i>Valores promedio y error del parámetro de espaciamento HSC para el Ti-6Al-4V con los diferentes tratamientos superficiales.</i>
<b>Tabla 4.16</b>	<i>Valores de propiedades mecánicas de los materiales con los tratamientos superficiales.</i>
<b>Tabla 4.17</b>	<i>Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. en estado de suministro.</i>
<b>Tabla 4.18</b>	<i>Cantidad de probetas sobrevivientes obtenidas para determinar el límite a fatiga del Ti c.p en estado de suministro.</i>
<b>Tabla 4.19</b>	<i>Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p con HF.</i>
<b>Tabla 4.20</b>	<i>Cantidad de probetas sobrevivientes obtenidas para determinar el límite a fatiga del Ti c.p+ HF.</i>

- Tabla 4.21** Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF y anodizado a 4V.
- Tabla 4.22** Cantidad de probetas sobrevivientes para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF y anodizado a 4V.
- Tabla 4.23** Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF y anodizado a 18V.
- Tabla 4.24** Cantidad de probetas falladas para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF y anodizado a 18V.
- Tabla 4.25** Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti6Al4V en estado de suministro.
- Tabla 4.26** Cantidad de probetas sobrevivientes obtenidas para determinar el límite a fatiga del Ti6Al4V en estado de suministro.
- Tabla 4.27** Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti6Al4V + HF.
- Tabla 4.28** Cantidad de probetas sobrevivientes para determinar el límite a fatiga del Ti6Al4V + HF.
- Tabla 4.29** Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti6Al4V + HF anodizado a 4V.
- Tabla 4.30** Cantidad de probetas falladas obtenidas para determinar el límite a fatiga del Ti6Al4V + HF anodizado a 4V.
- Tabla 4.31** Valores obtenidos del límite de resistencia a la fatiga para los materiales estudiados.
- Tabla 4.32** Valores obtenidos del límite de resistencia última a la tracción, relación de fatiga y rugosidad superficial para el Ti c.p. y el Ti-6Al-4V con las modificaciones superficiales realizadas.

## RESUMEN

La cifra que describe el número de procedimientos que involucran implantes dentales ha aumentado considerablemente en los últimos años. Los biomateriales más utilizados para la fabricación de estos implantes son el titanio comercialmente puro, *Ti c.p.*, y la aleación *Ti-6Al-4V*, gracias a su capacidad de osteointegración, a su buena respuesta mecánica y a la biocompatibilidad que brinda su óxido superficial. Diversos estudios muestran que al modificar la topografía superficial se producen importantes mejoras en las propiedades biofuncionales. No obstante, el comportamiento a fatiga de los componentes tratados puede verse modificado debido a la rugosidad superficial inducida, a los defectos generados y al endurecimiento superficial por deformación plástica, entre otros factores. En este trabajo se estudió la influencia del ataque ácido con HF y del anodizado en la respuesta mecánica de estos materiales. El incremento en la rugosidad del *Ti c.p.* y del *Ti-6Al-4V* no mostró influencia en sus propiedades uniaxiales monotónicas. Por otro lado, contrario a lo esperado, la resistencia a fatiga aumentó entre un 10 y 20% respecto a la condición sin tratamiento superficial de los materiales. Este resultado puede atribuirse al endurecimiento de la capa superficial de óxido de titanio generada en el proceso de anodizado y a la generación de esfuerzos residuales de compresión en la superficie asociados a la presencia de dicha capa.

## 1. INTRODUCCIÓN

La ausencia de piezas dentales es un problema que compromete a gran parte de la población y que afecta no solamente la función de masticación y fonación de un paciente sino que también afecta su autoestima. La implantología dental constituye una alternativa quirúrgica en la cual se sustituyen los dientes perdidos al colocar un implante en el hueso maxilar o mandibular. Los materiales más utilizados para implantes dentales son el Titanio comercialmente puro (*Ti c.p.*) y la aleación *Ti-6Al-4V* gracias a su capacidad de osteointegración, a su buena respuesta mecánica y a la biocompatibilidad que brinda su óxido superficial. A pesar de las importantes y demostradas ventajas de estos materiales para su utilización como implantes dentales, las estadísticas muestran un crecimiento significativo del porcentaje de fallo por fractura en un tiempo de servicio superior a 10 años (16% en el maxilar superior, 4% en la mandíbula), al igual que fallos por aflojamiento que pueden preceder una fractura [1]; lo anterior evidencia la necesidad de continuar la investigación en metodologías que mejoren sus prestaciones a largo plazo.

El éxito clínico de los implantes dentales se relaciona con una temprana osteointegración donde la topografía de la superficie es un parámetro fundamental para el éxito a corto y largo plazo. El reto actual consiste en balancear adecuadamente las propiedades biofuncionales y mecánicas de los materiales, buscando optimizar la osteointegración y al mismo tiempo, controlar que la respuesta mecánica del material garantice la integridad estructural del implante a largo plazo.

En este trabajo se estudió la influencia del tratamiento superficial de ataque ácido y anodizado, aplicado al *Ti c.p.* grado 2 y al *Ti-6Al-4V*, sobre la respuesta mecánica. Las probetas se sumergieron en solución de ácido fluorhídrico (*HF*) al 2% p/v durante 2 horas a 50°C, y luego se anodizaron utilizando como solución electrolítica ácido crómico  $CrO_3$  al 5% p/v. Las condiciones de tiempo y voltaje estudiados fueron 2 min a 4V y 20 min a 18V, usando acero inoxidable 304 como cátodo.

Se observó que la aplicación del anodizado genera un efecto de redondeo de picos sobre el perfil de rugosidad original, obteniendo una superficie porosa que facilita el anclaje del implante con el hueso. Por otra parte, el límite a fatiga se evaluó mediante la realización de ensayos de fatiga uniaxial tensión-tensión bajo una relación de esfuerzos  $R = 0,1$  ( $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$ ) siguiendo el método estadístico “*Staircase*” y adoptando como criterio de vida infinita  $1 \times 10^6$  ciclos. Los resultados obtenidos muestran una interesante correlación entre los tratamientos superficiales y el comportamiento a fatiga. Contrario a lo esperado, se evidencia un aumento en la resistencia mecánica de los materiales modificados superficialmente con tratamiento electroquímico de anodizado a pesar de la presencia de una mayor rugosidad superficial, lo cual podría suponer mayor concentración de esfuerzo y generación de microgrietas.

En términos generales, el *Ti-6Al-4V* exhibe una respuesta mecánica superior al *Ti c.p.*, tanto bajo cargas monotónicas como cíclicas. La resistencia a fatiga del *Ti c.p.* y del *Ti-6Al-4V* sin tratamiento está alrededor del 50% de su resistencia a tracción. Posterior a la modificación superficial de ataque ácido y anodizado, la resistencia se incrementa hasta un valor cercano al 59% en ambos casos. Por tanto, el límite a fatiga del material anodizado es superior al exhibido por el material sin

tratamiento, siendo la aleación *Ti-6Al-4V* más sensible al proceso. Este comportamiento positivo se puede relacionar, por una parte con el endurecimiento superficial de la capa de óxido anódico y por otra parte con la presencia de esfuerzos residuales de compresión en la superficie de los materiales asociados al crecimiento de la capa de óxido, con la evolución del oxígeno dentro de la capa, al igual que las diferencias de volumen molar de las capas de óxido de titanio con respecto al sustrato.

En conclusión, los tratamientos superficiales de anodizado analizados en esta investigación logran una morfología superficial favorecedora de la osteointegración y simultáneamente mejoran el comportamiento mecánico del material. Estos resultados se traducirían en una mayor durabilidad de los implantes dentales y en menores tiempos de recuperación post-cirugía.

## 2. ESTADO ACTUAL DEL CONOCIMIENTO

### 2.1 Materiales Utilizados En La Fabricación De Implantes Dentales

Durante siglos, los seres humanos han intentado reemplazar los dientes perdidos mediante la implantación. Los orígenes de los implantes dentales se remontan a los griegos, etruscos y egipcios. Estas civilizaciones utilizaron diferentes diseños y materiales que iban desde el jade y el hueso hasta el metal [2]. En el siglo XVIII los materiales metálicos más utilizados para implantes dentales eran el Au y la Ag, en el siglo XIX se incursionó con los aceros inoxidable, las aleaciones de Cr, Co y Mo, hasta la década de los años 40 cuando se introdujeron el Ti y sus aleaciones en el campo de la medicina. Fueron *Bothe, Beaton y Davenport* los que mediante la implantación en animales observaron su excelente biocompatibilidad comparable y en algunos casos superior a la del acero inoxidable o con el CoCrMo [3].

No todos los materiales pueden ser utilizados para la fabricación de implantes dentales. El material debe ser conformable, altamente disponible en la naturaleza, resistente a la corrosión en ambiente fisiológico, biocompatible, bioadherente (que permita el crecimiento de hueso por contacto) y biofuncional (propiedades mecánicas adecuadas, especialmente resistencia a la fatiga y módulo elástico cercano al del hueso) [4]. De estas exigencias, la biocompatibilidad es la condición que debe primar en el material, es necesario que se produzca una interacción positiva entre las propiedades intrínsecas del material y el tejido circundante.

Se entiende por biocompatibilidad la capacidad de un material de ser utilizado con una respuesta apropiada del tejido receptor en una aplicación específica [5]. Esta definición queda adecuadamente complementada con la norma ISO10993 [6] en la cual se presentan diversos ensayos para la evaluación sistemática *in vivo* de un material del cual se quiere saber su biocompatibilidad. En el caso de un material empleado en la fabricación de implantes dentales además debe sobrepasar la evaluación de la “reacción a cuerpo extraño” del tejido receptor que consiste en evaluar el espesor de la capa de tejido cartilaginosa avascular después de un mes de implantación [4]. En la tabla 1 se muestran los principales ensayos biológicos establecidos para dispositivos a utilizarse dentro del cuerpo humano.

**Tabla 2.1.** Ensayos biológicos para dispositivos médicos, de acuerdo con la norma ISO 10993 [4]

Requisitos de bienestar para los animales objeto de experimentación.	Ensayos para evaluar los residuos de esterilización con óxido de etileno.	Ensayos de citotoxicidad <i>in vitro</i>
Ensayos de genotoxicidad, carcinogenicidad y toxicidad reproductiva.	Ensayos de degradación de materiales	Identificación y cuantificación de productos de degradación
Ensayos para evaluar la irritación e hipersensibilidad tipo retardada.	Ensayos de interacción con sangre. Selección de materiales de referencia.	Ensayos de efectos locales después de la implantación.

Actualmente las tendencias más importantes en la elección de un biomaterial para la fabricación de implantes dentales están orientadas en la evaluación de la respuesta que el biomaterial genera en el tejido en circundante; se habla de materiales bioinertes y materiales bioactivos [7].

El material bioinerte durante su vida en servicio no cede ninguna sustancia en cantidades perjudiciales, por lo que no provoca reacciones adversas en el tejido. El titanio comercialmente puro (Ti c.p.) es generalmente aceptado como un material bioinerte, sus leves reacciones en el medio biológico y sus adecuadas propiedades mecánicas, son los factores determinantes para que sea el material por excelencia en la selección para la fabricación de los implantes dentales [8]. Su buena respuesta en el tejido a corto y a largo plazo se debe a las propiedades específicas de la superficie; es por esto que los avances más significativos en la mejora de dicha respuesta se están consiguiendo controlando las distintas propiedades asociadas a la calidad superficial.

El material bioactivo causa reacciones favorables en los tejidos, lo que lleva al establecimiento de enlaces químicos directos con los tejidos circundantes. La hidroxiapatita (HA) es un material bioactivo para el tejido óseo debido a que es similar a la fase mineral del hueso. Este hecho hace que las células la “reconozcan” como un material biológicamente no ajeno y esto lleva a la unión química entre ella y el tejido ordenado, lo que algunos autores han denominado como biointegración. De hecho, para que un material sea bioactivo en el tejido óseo, es condición indispensable que se forme *in vivo* una capa de HA sobre la superficie, la cual en última instancia se enlaza con el hueso. Su principal inconveniente radica en su fragilidad extrema. Por esta razón, en la implantología dental, sólo se podría emplear como recubrimiento sobre el metal. De esta manera, se intenta combinar la bioactividad de la HA con las excelentes propiedades mecánicas del Ti c.p.

Además de la HA y otros fosfatos de calcio, hay otros materiales que han demostrado su capacidad para evitar la formación de la capa colaginoso y avascular. Ejemplos de ello, en los tejidos duros, son los vidrios denominados Bioglass® [8], en diferentes morfologías, modos de obtención y como recubrimientos, o el propio titanio convertido en bioactivo por diferentes tratamientos químicos. En los tejidos blandos, además del Bioglass® se han desarrollado ciertas estructuras porosas de membranas de politetrafluoroetileno (PTFE) [4],[8].

## ***2.2 Calidad Superficial Del Implante Dental***

La calidad superficial del implante dental depende de las propiedades fisicoquímicas y topográficas de la superficie del material ya que los eventos que suceden tras la implantación (contacto con la sangre, absorción de proteínas y otras moléculas biológicas, adhesión celular, etc.) se producen gracias a la interacción entre el ambiente biológico y la superficie del material sintético. Asimismo, las reacciones biológicas y los caminos particulares que eligen las células y, como consecuencia, los diferentes eventos que llevan a una mejor o peor osteointegración, dependen en fuerte medida de las propiedades superficiales.

La topografía se puede definir como la morfología o configuración de una superficie. Se debe diferenciar entre dos características topográficas básicas: la rugosidad y la textura. La rugosidad incluye las irregularidades de corto alcance en el espacio y la textura superficial es inherente al

proceso de fabricación. La rugosidad está creada por valles y picos de amplitud variable y espaciado superior a las dimensiones moleculares. Las irregularidades superficiales y por lo tanto la rugosidad, son el resultado acumulativo de algunos, o todos, de los siguientes factores: la estructura cristalina, el proceso de fabricación y la ingeniería de superficies aplicada, como puede ser el ataque ácido, el maquinado, el recubrimiento con proyección por plasma o el granallado. La rugosidad superficial se puede describir y cuantificar por métodos topográficos y se puede expresar como el resultado de efectuar mediciones sobre el perfil (2D o 3D) de la superficie. Para ello, existen muchas técnicas de caracterización de la rugosidad superficial, algunas de ellas sofisticadas y otras que sólo proveen de una información limitada [4].

### 2.3 El Titanio Y Sus Aleaciones En La Implantología Dental

El titanio es el noveno elemento más abundante en la corteza terrestre, con una concentración media del 0,8% en peso, se obtiene a partir de minerales ricos en óxido de titanio ( $TiO_2$ ) como son el rutilo y la ilmenita. Se descubrió en 1794 [9], pero no se pudo separar del mineral de forma eficiente hasta el 1936 debido a su alta afinidad por el oxígeno. En 1937 Kroll desarrolló un proceso para la obtención de titanio que consiste en la reducción del compuesto tetracloruro de titanio ( $TiCl_4$ ) con magnesio en una atmósfera de argón para evitar la oxidación. Este fue el primer proceso que permitió la obtención de cantidades apreciables de titanio puro y es el método utilizado en la actualidad [10].

El Ti es un elemento de transición, como el Fe, Ni o el Co, cuya estructura electrónica presenta una capa  $d$  incompleta. Dicha estructura electrónica permite que el Ti forme soluciones sólidas con muchos elementos sustitucionales, con un factor de tamaño atómico de hasta un 20%. Ha sido clasificado como metal ligero, a pesar de que su densidad de  $4,51 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$  es casi el doble de la densidad del aluminio, debido a su excelente relación entre resistencia mecánica/densidad [10]. Sus principales propiedades físicas se muestran en la tabla 2.

*Tabla 2.2 Principales propiedades físicas del Ti. Adaptado de [10].*

<b>Número atómico</b>	22	<b>Punto de ebullición</b>	3260° C
<b>Peso atómico</b>	47,88 g/mol <sup>1</sup>	<b>Estructura cristalina</b>	$\alpha$ (HCP) para $T < 882^\circ \text{ C}$ $\beta$ (BCC) para $T > 882^\circ \text{ C}$
<b>Parámetros de red cristalina</b>	$\alpha$ : $a = 0,295 \text{ nm}$ ; $c = 0,468 \text{ nm}$ $\beta$ : $a = 0,332 \text{ nm}$ (a $900^\circ \text{ C}$ )	<b>Densidad fase <math>\alpha</math> (20° C):</b> <b>fase <math>\beta</math> (885° C):</b>	4,51 g/cm <sup>3</sup> 4,35 g/cm <sup>3</sup>
<b>Punto de fusión</b>	$1.670^\circ \pm 5^\circ \text{ C}$	<b>Temperatura de transición <math>\alpha</math>-<math>\beta</math></b>	$882^\circ \pm 2^\circ \text{ C}$
<b>Coefficiente de expansión térmica (a 20°C)</b>	$8,41 \times 10^{-6} / ^\circ \text{ C}$	<b>Conductividad térmica</b>	17 W/m°C
<b>Resistividad eléctrica</b>	0,0026 $\Omega \cdot \text{m}$	<b>Conductividad eléctrica (relativa al cobre)</b>	0,031
<b>Susceptibilidad magnética (K)</b>	$1,25 \times 10^{-6}$	<b>Capacidad calorífica</b>	523 J/kg°C

Aunque el Ti presenta la mejor relación entre resistencia y densidad, es un material que se elige sólo para ciertas aplicaciones debido a su alto costo el cual se debe principalmente a su alta reactividad con O y otros elementos como N, H y C. Se requiere el uso de atmósferas inertes o de vacío durante su proceso de producción al igual que durante su proceso de fusión. Por otra parte, esta alta reactividad le brinda una excelente resistencia a la corrosión debido a la formación de una delgada película adherente de gran estabilidad química en la superficie del metal cuando este entra en contacto con el aire.

Adicionalmente, el Ti presenta una excelente biocompatibilidad que lo convierte en un material idóneo para la fabricación de prótesis articulares y otras aplicaciones en el área de la medicina.

El alto punto de fusión del Ti comparado con el del Al, le brinda una gran ventaja para aplicaciones que implican el uso de componentes estructurales de bajo peso que trabajan a elevadas temperaturas (alrededor de los 150°C). Aunque su alta reactividad con el oxígeno lo limita a trabajar hasta temperaturas alrededor de los 600°C. Por encima de esta temperatura la difusión del oxígeno a través de la película de óxido se precipita ocasionando un crecimiento excesivo de la misma y generando la formación de una capa frágil enriquecida en oxígeno en la superficie del Ti [11]. En la tabla 3 se muestran algunas características importantes del Ti comparado con otros metales de uso metálico de uso estructural a base de Fe, Ni y Al.

*Tabla 2.3. Características importantes del Ti comparado con otros materiales. Adaptado de [10].*

CARACTERÍSTICA	Ti	Fe	Ni	Al
Temperatura de fusión (°C)	1670	1538	1455	660
Transformación Alotrópica (°C)	882 ( $\alpha$ - $\beta$ )	912 ( $\gamma$ - $\alpha$ )	-	-
Estructura Cristalina	BCC-HCP	FCC-BCC	FCC	FCC
Densidad	4,5 Kg/m <sup>3</sup>	7,9 Kg/m <sup>3</sup>	8,9 Kg/m <sup>3</sup>	2,7 Kg/m <sup>3</sup>
Resistencia a la Corrosión (Comparativo)	Muy Alta	Baja	Media	Alta
Reactividad con O <sub>2</sub> (comparativo)	Muy Alta	Baja	Baja	Alta
Costo Metal (comparativo)	Muy Alta	Baja	Alta	Media

El titanio es el único metal ligero que presenta polimorfismo; en estado puro su estructura hexagonal compacta (fase  $\alpha$ ) presenta una transformación alotrópica a 882° C, pasando a una microestructura cúbica centrada en el cuerpo (fase  $\beta$ ) [10]. En equilibrio, la estructura  $\beta$  es inestable a temperaturas menores a 882° C, descomponiéndose de nuevo en la fase  $\alpha$  al enfriar el titanio por debajo de la temperatura de transición. Esta transformación ofrece la posibilidad de obtener aleaciones con microestructuras de tipo  $\alpha$ ,  $\beta$  ó  $\alpha/\beta$ , dependiendo de los elementos aleantes que estabilizan una u otra fase. Según la capacidad de los aleantes de estabilizar la fase  $\alpha$  ó  $\beta$ , se definen tres tipos de aleaciones de titanio: las aleaciones tipo  $\alpha$ , aleaciones tipo  $\alpha/\beta$  y aleaciones  $\beta$ . Las aleaciones tipo  $\alpha/\beta$  se suelen clasificar a su vez en casi- $\alpha$ , cuando tiene una estructura esencialmente a  $\alpha$  temperatura ambiente, y casi- $\beta$  cuando la estructura  $\alpha$  temperatura ambiente es mayoritariamente  $\beta$ . La manipulación de estas variaciones cristalográficas mediante adición de aleantes y procesos termomecánicos da lugar a un amplio rango de aleaciones y propiedades.

El Ti puede formar soluciones sólidas y compuestos con enlace metálico, covalente o iónico. Según la capacidad de los aleantes de estabilizar la fase  $\alpha$  o  $\beta$ , se definen tres tipos de aleaciones de Ti, las de tipo  $\alpha$ ,  $\alpha/\beta$  y aleaciones  $\beta$ . Las aleaciones tipo  $\alpha/\beta$  se clasifican a su vez en casi- $\alpha$  cuando tienen una estructura esencialmente  $\alpha$  a temperatura ambiente y casi- $\beta$  cuando la estructura a temperatura ambiente es principalmente  $\beta$ . La temperatura mínima que permite obtener un 100% de fase  $\beta$  se llama temperatura de  $\beta$ -transus. El punto de  $\beta$ -transus. Es crítico para los procesos de deformación y para los tratamientos térmicos [10],[11].

Los elementos que estabilizan la fase  $\alpha$  son aquellos que incrementan la temperatura a la cual la fase  $\alpha$  es estable. Los elementos más importantes que se comportan de esta manera son el Al, O, C, Ni. El diagrama de equilibrio del Ti con estos aleantes se muestra en la figura 1.1a. Los elementos que estabilizan la fase  $\beta$  son los que permiten que sea estable a temperaturas menores de la temperatura de  $\beta$ -transus figura 1.1b, dentro de ellos se destacan como aleantes el V, Mo y Ta. Otro grupo de aleantes que estabilizan la fase  $\beta$  son los que forman sistemas eutéctoides con el titanio figura 1.1c. Entre estos aleantes se destacan el Fe, Mn, Cr, Co, Ni, Cu y Si.

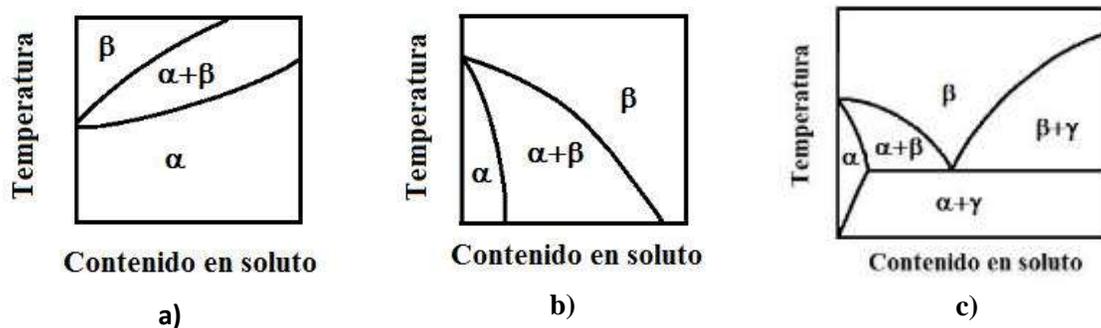


Fig. 2.1 Representación de Diagramas de equilibrio del Ti con: a) Un elemento  $\alpha$  estabilizante, b) con un elemento  $\beta$  estabilizante, c) un elemento  $\beta$  eutéctoides.

Las aleaciones  $\alpha$  son aquellas que se forman mediante de elementos estabilizadores de la fase  $\alpha$ , como el Al. Estos elementos estabilizadores de la fase  $\alpha$  y otros elementos neutros se disuelven por sustitución, elevan la resistencia del Ti pero aumentan su fragilidad [10]. Las aleaciones  $\alpha/\beta$  contienen una mezcla de elementos estabilizadores de la fase  $\alpha$  y de la fase  $\beta$ , pueden mejorar sus características mecánicas por tratamientos térmicos de solubilización y envejecimiento. Las aleaciones  $\beta$  son aquellas en las que el efecto del aleantes es generar estabilidad de la fase  $\beta$  a temperatura ambiente. La tabla 2.4 muestra la clasificación de las aleaciones de titanio, elementos estabilizadores y ejemplos las principales aleaciones de Ti.

**Tabla 2.4.** Clasificación de las aleaciones de Ti. Adaptado de [10].

TIPO DE ALEACIÓN	ELEMENTOS ESTABILIZADORES	PRINCIPALES ALEACIONES
$\alpha$	Al, Ga, O, C, N	Diferentes grados de Ti c.p.
$\alpha/\beta$	<b>Elementos Neutros</b> Zr, Sn, Si	Ti-6Al-4V Ti-6Al-4V ELI Ti-6Al-7Nb Ti-6Al-7Nb-1Ta Ti-5Al-2,5Fe Ti-5Al-1,5B
$\beta$	<b><math>\beta</math>-Isomorfos</b> Mo, W, V, Ta, Nb <b><math>\beta</math>-Eutectoides</b> Cu, Mn, Cr, Fe, Co, Ni, H, Si	Ti-13Nb-13Zr Ti-12Mo-6Zr-2Fe Ti-15Mo-5Zr-3Al Ti-35,3Nb-5,1Ta-7,1Zr

La elevada reactividad del titanio dificulta la obtención del metal puro, por lo que en aplicaciones comerciales se trabaja con titanio denominado comercialmente puro (*Ti c.p.*) con diferentes niveles de impurezas presentes en su composición. Las normas internacionales [12], [13] determinan cuatro grados de *Ti c.p.* para su aplicación médica. Los distintos grados se clasifican en función de la cantidad de elementos intersticiales minoritarios que contiene la aleación de *Ti c.p.* en cuestión.

En la Tabla 2.5 se muestra la composición química (% en peso) para los cuatro grados de *Ti c.p.* El éxito de la utilización tanto del *Ti c.p.* como sus aleaciones, a nivel clínico se soporta principalmente en la excelente biocompatibilidad que presenta, que aunque no constituye una propiedad intrínseca es una propiedad indicadora de la capacidad del material para ser utilizado en una aplicación específica con una respuesta adecuada del tejido receptor. El *Ti* además de no ser tóxico para el tejido receptor, no es biológicamente activo [4].

**Tabla 2.5.** Clasificación y composición del *Ti c.p.* según la norma ASTM F67-00 [12]

Titanio c.p.	N	C	O	Fe	H	Ti
<b>Grado 1</b>	0,03	0,1	0,18	0,2	0,0125	Bal.
<b>Grado 2</b>	0,03	0,1	0,25	0,3	0,0125	Bal.
<b>Grado 3</b>	0,05	0,1	0,35	0,3	0,0125	Bal.
<b>Grado 4</b>	0,05	0,1	0,40	0,5	0,0125	Bal.

### 2.3.1 Microestructuras del *Ti c.p.*

Al igual que en todas las aleaciones monofásicas, la microestructura del *Ti c.p.* depende del trabajo en frío y del proceso de recocido realizado. Además, si se enfría el material desde temperaturas superiores a la temperatura de  $\beta$ -transus, la microestructura también es influenciada por la velocidad de enfriamiento. Todos estos factores hacen posible la obtención de tres microestructuras diferentes del *Ti c.p.* [14].

Una microestructura equiaxial como la que se muestra en la figura 2.2a se obtiene a partir de un proceso de trabajado en frío y un posterior recocido a temperaturas inferiores a la temperatura  $\beta$ -

*transus*. El crecimiento de grano es inhibido por el efecto de anclaje de las impurezas a los límites de grano y por las bajas temperaturas de trabajo, apreciándose también la presencia de maclas. En contraste, una microestructura martensítica producto de una transformación masiva y con estructura hexagonal, se forma a partir de un rápido enfriamiento desde temperaturas superiores a la  $\beta$ -*transus*, manteniendo la morfología y el tamaño de grano inicial de la fase  $\beta$  en el campo monofásico. Esta fase es denominada  $\alpha'$  y se ilustra en la figura 2.2b. La microestructura que se observa en la figura 2.2c corresponde a la fase  $\alpha$  con morfología del tipo *Widmanstätten*, la cual se obtiene como resultado de un enfriamiento lento desde temperaturas superiores a la  $\beta$ -*transus*.

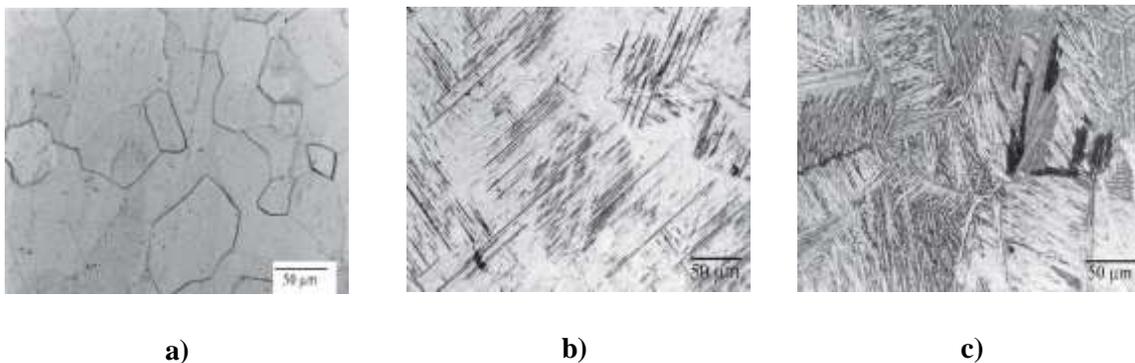


Fig. 2.2 Microestructuras del Ti c.p. grado 3 a) Equiaxial, b) Martensítica, c) Widmanstätten

### 2.3.2 Propiedades Fisicoquímicas del Ti c.p.

Las propiedades fisicoquímicas superficiales del titanio son las responsables de su estabilidad en diferentes medios, especialmente frente a los ambientes fisiológicos [4]. Estas propiedades están determinadas por la naturaleza de la capa de óxido de titanio que se forma de manera natural y espontánea sobre la superficie del Ti c.p., en contacto con el aire y otros medios. Esta capa protege al metal contra reacciones químicas y biológicas no deseadas y especialmente contra la corrosión en una gran variedad de medios agresivos. En consecuencia, los agentes químicos y biológicos no interactúan directamente con el metal sino con esta capa estable de óxido.

De todos los óxidos que se forman en la superficie del Ti c.p. ( $Ti_3O$ ,  $Ti_2O$ ,  $Ti_3O_2$ ,  $TiO$ ,  $Ti_2O_3$ ,  $Ti_3O_5$ ,  $TiO_2$ ) el más estable de ellos es el  $TiO_2$  [15], [16]. Este óxido es un compuesto estable y altamente resistente a los ataques químicos de la mayoría de sustancias, tal que la excelente resistencia química y a la corrosión del Ti c.p. se debe a la presencia de este óxido en la superficie. El Ti c.p. se distribuye en una capa de espesor variable entre 2 y 10 nm, la cual protege el metal de los ataques químicos de ambientes agresivos como el de los fluidos corporales.

Esta protección química que ejerce la capa de  $TiO_2$  no puede confundirse con que sea químicamente inerte ya que, al contrario, este óxido reacciona en solución acuosa y absorbe y disocia moléculas orgánicas, actuando en muchos casos como catalizador de un gran número de reacciones químicas [14], [15], [16].

La estabilidad química del  $TiO_2$  hace que el *Ti c.p.* sea un metal tan resistente a la corrosión como el *Nb* y el *Ta* y a su vez, significativamente más resistente que el acero inoxidable y las aleaciones de *Cr-Co*. Esta elevada resistencia tiene consecuencias directas en el comportamiento favorable que presenta el *Ti c.p.*, tanto *in vitro* como *in vivo*, es decir, en su excelente biocompatibilidad [15], [17].

### 2.3.3 Propiedades Mecánicas del *Ti*

Los valores de resistencia mecánica del *Ti c.p.* con sus diferentes grados, sumados a los valores típicos de modulo de elasticidad y resistencia a fatiga, demuestran que las propiedades mecánicas de este material satisfacen los requerimientos de prótesis articulares e implantes dentales y en consecuencia, se convierten en un valor agregado a su estabilidad química superficial y a su excelente biocompatibilidad [4].

En la tabla 2.6 se muestran algunos valores de propiedades mecánicas de las principales aleaciones de titanio utilizadas para aplicaciones dentales [18], [19].

**Tabla 2.6** Valores de las propiedades mecánicas de aleaciones de *Ti* usadas en aplicaciones dentales. Adaptado de [18].

ALEACIÓN	PROCESO DE FABRICACION	RESISTENCIA ÚLTIMA A LA TRACCIÓN (MPa)	RESISTENCIA A LA FLUENCIA (MPa)	ELONGACIÓN (%)	DUREZA VICKERS (Hv)
<b>Ti-20Cr-0.2Si</b>	Fundición	874	669	6	318
<b>Ti-25Pd-5Cr</b>	Fundición	880	659	5	261
<b>Ti-13Cu-4.5Ni</b>	Fundición	703	-	2,1	-
<b>Ti-6Al-4V</b>	Fundición	976	847	5,1	-
<b>Ti-6Al-4V</b>	Deformación volumétrica	954	729	10	346
<b>Ti-6Al-7Nb</b>	Fundición	933	817	7,1	-
<b>Ti-Ni</b>	Fundición	470	-	8	190

En la tabla 2.7 se muestran los valores correspondientes a propiedades mecánicas de las principales aleaciones de titanio incluyendo los cuatro grados de titanio utilizados para aplicaciones biomédicas. En la tabla 2.8 se muestran los principales valores de propiedades mecánicas para otros materiales que han sido utilizados para la fabricación de implantes dentales.

*Tabla 2.7 Propiedades mecánicas del Ti y aleaciones usadas en aplicaciones biomédicas. Adaptado de [18].*

ALEACIÓN	RESISTENCIA ÚLTIMA A LA TRACCIÓN (MPa)	RESISTENCIA A LA FLUENCIA (MPa)	ELONGACIÓN (%)	MÓDULO ELÁSTICO (E)
Ti c.p Grado 1	240	170	24	102,7
Ti c.p Grado 2	345	275	20	102,7
Ti c.p Grado 3	450	380	18	103,4
Ti c.p Grado 4	550	485	15	104,1
Ti-6Al-4V (Recocido en lámina)	860-965	795-875	10-15	101-110
Ti-6Al-4V (Recocido)	895-930	825-869	6-10	110-114
Ti-6Al-7Nb	900-1050	880-950	8,1-15	114

*Tabla 2.8 Propiedades mecánicas de otros materiales utilizados en implantes dentales. Adaptado de [18].*

MATERIAL	ESTADO	RESISTENCIA ÚLTIMA A LA TRACCIÓN (MPa)	MÓDULO ELÁSTICO (GPa)	LÍMITE DE FATIGA (MPa)
ACEROS INOXIDABLES	Recocido	586	190	241-276
ACEROS INOXIDABLES	30% Trabajado en frío	930	190	310-448
	Forjado en frío	1.351	190	820
ALEACIONES DE COBALTO	Forjado en caliente	1.399-1.586	210	600-896
	Forjado en frío	1795	232	689-793

De las tablas anteriores, es de resaltar que el Ti y sus aleaciones presentan una alta resistencia a la tracción y un módulo de elasticidad menor que otros biomateriales metálicos como el acero inoxidable y las aleaciones de Cr-Co (206GPa-240GPa) [20]. Las aleaciones de Ti muestran mayor cercanía con el valor del módulo de elasticidad del hueso que generalmente varía entre 17 GPa -28 GPa [4]. Aunque esta diferencia está muy marcada, en la actualidad se realizan estudios orientados a la reducción del apantallamiento de esfuerzos (stress shielding) que se generan en la interfase hueso-implante para evitar los fenómenos de reabsorción ósea [21].

En el contexto general, el titanio y sus aleaciones se han empleado tradicionalmente en el campo biomédico, constituyendo junto con los aceros inoxidables y las aleaciones Cr-Co, una de las principales familias de metales seleccionadas para la fabricación de implantes, no sólo dentales, sino también maxilofaciales, ortopédicos, cardíacos, cardiovasculares, y otorrinolaringológicos.

La estabilidad estructural y la capacidad que presenta el implante de fijarse al hueso está dada principalmente por las características superficiales del material, [15], [22]. En la literatura se encuentra una gran variedad de tratamientos realizados para alterar las condiciones superficiales del material; un gran número de reportes muestran que la rugosidad superficial de los implantes de Ti afecta la tasa de osteointegración y la fijación biomecánica [1], [23], [24]. Si bien es sabido que estos mejoran la biocompatibilidad, provocan también cambios en las propiedades mecánicas del material que en algunos casos pueden elevar el riesgo de una falla prematura en el implante [1].

## 2.4 La aleación Ti-6Al-4V

El Ti-6Al-4V es la aleación de titanio de uso más común, tal y como se ha indicado anteriormente. Su formulación varía ligeramente según el estándar o el fabricante escogido. En la tabla 2.9 se presenta una comparación de los márgenes para la composición del Ti-6Al-4V por diferentes normativas.

*Tabla 2.9 Composición del Ti-6Al-4V. Adaptado de [11].*

NORMA	Composición ( Wt %)						
	Al	V	Fe	C	N	H	Ti
UNE-7301	5,5-6,5	3,5-4,5	0,25	0,13	0,05	0,012	Bal.
ISO 5832-2	5,5-6,75	3,5-4,5	0,30	0,20	0,05	0,015	Bal.
ASTM F136	5,5-6,5	3,5-4,5	0,25	0,13	0,05	0,012	Bal.

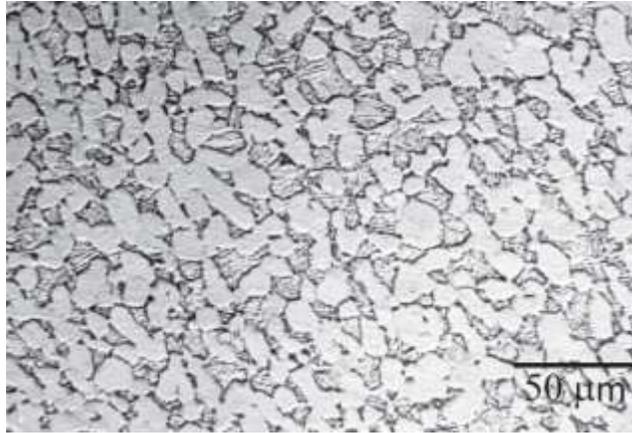
### 2.4.1 Microestructuras del Ti-6Al-4V

El Ti-6Al-4V como aleación  $\alpha+\beta$  puede presentar diferentes composiciones de la fase  $\alpha$  y la fase  $\beta$  dependiendo de la cantidad de elementos intersticiales que contenga y del tipo de tratamiento térmico al que haya sido sometido. Según lo anterior y al igual que el Ti *c.p.*, la aleación Ti-6Al-4V puede presentar diferentes tipos de microestructuras las cuales pueden ser clasificadas en diferentes categorías dependiendo de sus propiedades y morfología. Dentro de estas microestructuras se destacan la equiaxial, la martensítica, la laminar y la bimodal (mezcla de equiaxial y laminar).

#### 2.4.1.1 Microestructura Equiaxial

Las estructuras equiaxiales se obtienen tras trabajar mecánicamente el material en el rango de temperaturas  $\alpha+\beta$ . Un recocido posterior a temperaturas menores a la temperatura de inicio de martensita (por ejemplo 700° C) produce una microestructura formada por granos finos de  $\alpha$  y  $\beta$ , denominada *mill-annealed* (figura 2.3), si bien esta estructura depende mucho del trabajado previo del material. Durante el proceso de recocido, la microestructura consta de fase  $\alpha$  primaria y de fase  $\beta$ . Al enfriar el material, la fase  $\alpha$  primaria no transforma, por lo que mantiene su morfología original, pero la fase  $\beta$  sí que se transforma, con la estructura final dependiente de la velocidad de enfriamiento desde la temperatura de recocido. Si la temperatura de recocido es más alta, la fase  $\beta$  se transforma a fase  $\alpha$  secundaria con estructura laminar, y se obtiene una estructura formada por granos  $\alpha$  y regiones laminares finas, denominadas con el término ‘ $\beta$ -transformada’, si bien el

término se refiere a paquetes laminares de  $\alpha$  secundaria. La estructura así obtenida se denomina microestructura dúplex (figura 2.4).



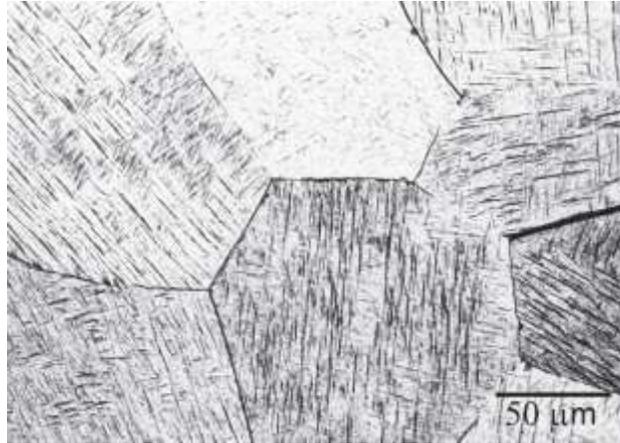
*Fig. 2.3 Microestructura Mill-annealed del Ti-6Al-4V [9].*



*Fig. 2.4 Microestructura Duplex del Ti-6Al-4V [9].*

#### **2.4.1.2 Microestructura Martensítica**

La estructura martensítica se obtiene por enfriamiento rápido o temple desde temperaturas superiores a  $\beta$ -transus, lo que genera la estructura de transformación masiva martensita o fase  $\alpha'$ . Esta microestructura, mostrada en la figura 2.5, es acicular o finamente laminar y tiene parámetros de red similares a los de la fase  $\alpha$ .



*Fig. 2.5 Microestructura martensítica del Ti-6Al-4V. [9]*

#### **2.4.1.3 Microestructura laminar o de Widmanstätten**

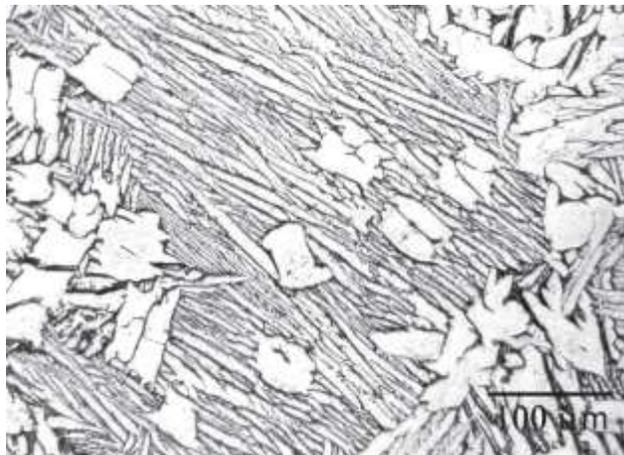
Las estructuras laminares o de Widmanstätten se obtienen por enfriamiento lento desde temperaturas superiores a  $\beta$ -transus y su morfología es como se observa en la figura 2.6. Su formación se debe a que durante el proceso de enfriamiento se genera una difusión controlada entre las fases  $\alpha$  y  $\beta$  con la disminución de la temperatura a intervalos por debajo de la temperatura  $\beta$  - transus, de esta forma la fase  $\alpha$  nuclea a los límites de grano de  $\beta$  y crece en forma de láminas. Esta estructura es una combinación de placas gruesas fase  $\alpha$  y placas delgadas de  $\beta$  que se unen formando paquetes o colonias. Se caracteriza por tener una mayor tenacidad a la fractura y resistencia a corrosión inducida por tensión.



*Fig. 2.6 Microestructura Widmanstätten del Ti-6Al-4V. [9]*

#### **2.4.1.4 Microestructura Bimodal**

La microestructura bimodal mostrada en la figura 2.7 consiste en granos  $\alpha$  aislados en una matriz  $\beta$  transformada. Se obtienen con un recocido a 950° C, seguido de un temple en agua, y un envejecimiento a 600° C. Se consigue entonces un grano  $\alpha$  de 15–20  $\mu\text{m}$  de diámetro aislado por fase  $\beta$  retransformada. Sin embargo, si se envejece a 650° C se produce descomposición de precipitados de la fase  $\beta$  en granos de fase  $\alpha$ .



*Fig. 2.7 Microestructura Bimodal del Ti-6Al-4V. [9]*

#### **2.5 Tratamientos superficiales para mejorar las propiedades del Ti c.p. y sus aleaciones**

En los últimos 20 años, el número de procedimientos que involucra implantes dentales ha aumentado considerablemente [25]. El éxito clínico de los implantes dentales se relaciona con una temprana y adecuada osteointegración, donde la geometría y la topografía de la superficie son parámetros fundamentales para el éxito a corto y largo plazo.

Los primeros eventos que se presentan tras la implantación (contacto con la sangre, absorción de proteínas y otras moléculas biológicas, adhesión celular, etc.) son debidos a la interacción entre el ambiente biológico y la superficie del material. Se conocen dos tipos de respuesta a la implantación; la primera consiste en la formación de un tejido suave fibroso en forma de cápsula alrededor del implante. Esta capsula de tejido fibroso no garantiza la fijación biomecánica correcta y conduce al fracaso clínico del implante dental. La segunda respuesta tiene que ver con dirigir el contacto hueso-implante sin una capa intermedia de tejido conjuntivo [25]. Una de las alternativas para disminuir el riesgo de aflojamiento de los implantes asociado al tejido fibroso, es a través de una adecuada modificación superficial. Para esto se han desarrollado tratamientos de modificación química (recubrimientos bioactivos) y morfológica (rugosidad) de la superficie de los implantes. Con respecto a la rugosidad, es sabido que parámetros de  $R_a=4-5\mu\text{m}$  y  $P_c=65-80/\text{cm}$  [4] facilitan la adhesión de osteoblastos, mejorando la osteointegración y por lo tanto disminuyendo el riesgo por aflojamiento.

En la actualidad son muchos los tratamientos que se han aplicado sobre el *Ti c.p* y sus aleaciones. Sin embargo, los tratamientos más utilizados para la modificación topográfica del *Ti c.p*. han sido el ataque químico y, la proyección de partículas de Titanio por plasma y granallado, en función del material de impacto utilizado [4]. De estos tratamientos, el granallado (sandblasting) utilizando medios abrasivos de diferente naturaleza ha demostrado ser una de las metodologías más versátiles y eficaces para promover una mejor osteointegración, a raíz del mejor comportamiento que presentan los osteoblastos en contacto con este tipo de superficies [3].

Los tratamientos más significativos, por ser los más empleados al haber obtenido unos mejores resultados de comportamiento biológico, mecánico y contra la degradación, se muestran en la tabla 2.10.

**Tabla 2.10** Tratamientos de modificación superficial para implantes de titanio y sus aleaciones. Adaptado de [26].

CLASIFICACION	TRATAMIENTO SUPERFICIAL	OBJETIVO
MÉTODOS MECÁNICOS	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Desbaste, Pulido, Mecanizado,</i></li> <li>• <i>Granallado</i></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Desincrustar restos sólidos de contaminantes</li> <li>• Eliminar capas nativas</li> <li>• Obtener un acabado superficial muy liso</li> <li>• Aumentar la rugosidad superficial</li> <li>• Mejorar la adhesión en el enlace</li> <li>• Introducir esfuerzos residuales</li> </ul>
MÉTODOS QUÍMICOS	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Limpieza con disolvente</i></li> <li>• <i>Ataque ácido, Ataque alcalino</i></li> <li>• <i>Pasivado, Anodizado, Electropulido</i></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Eliminar contaminantes</li> <li>• Desincrustar restos sólidos de contaminantes</li> <li>• Eliminar capas nativas</li> <li>• Modificar la rugosidad superficial</li> <li>• Mejorar la formación de apatita: conferir bioactividad</li> <li>• Aumentar la rugosidad superficial</li> </ul>
MÉTODOS AL VACÍO	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Descarga lumínica</i></li> <li>• <i>Descarga eléctrica</i></li> <li>• <i>Implantación iónica.</i></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mejorar la resistencia al desgaste, la corrosión y las propiedades biológicas</li> </ul>
MÉTODOS DE RECUBRIMIENTO	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Proyección por plasma</i></li> <li>• <i>Sol-gel, "magnetron sputtering"</i></li> <li>• <i>Ablación láser.</i></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Recubrir con material bioactivo</li> <li>• Aumentar Rugosidad.</li> <li>• Mejorar la resistencia al desgaste, a la corrosión y las propiedades biológicas.</li> </ul>
MÉTODOS BIOQUÍMICOS	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Enlace de iones y/o moléculas activas por absorción fisicoquímica</i></li> <li>• <i>por enlace covalente con o sin espaciador</i></li> <li>• <i>por inclusión en materiales que actúan de portadores.</i></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Interaccionar selectivamente con proteínas.</li> <li>• Aumentar la bioactividad.</li> <li>• Inmovilizar en la superficie: péptidos, proteínas o factores de crecimiento.</li> <li>• Modificar la composición superficial; mejorar la resistencia al desgaste, a la corrosión y la biocompatibilidad.</li> </ul>

### 2.5.1 Métodos químicos

Los métodos químicos incluyen el ataque ácido, el tratamiento electroquímico (oxidación anódica), sol-gel, deposición química de vapor (CVD) y modificación bioquímica. Durante el tratamiento químico, electroquímico y bioquímico, ocurren reacciones en la interfaz entre el titanio y la solución. El CVD es un proceso que involucra la reacción química entre varios compuestos en fase gaseosa y la superficie de la muestra, haciendo depositar un compuesto no-volátil sobre el material. Por otro lado, en el método sol-gel, las reacciones químicas no se llevan a cabo en la interfaz

material-solución/gel, sino que se efectúan en la solución. A continuación se presentan el ataque ácido y la oxidación anódica, de interés en el presente trabajo.

### **2.5.1.1 Ataque ácido.**

El ataque ácido se realiza para mejorar el proceso de osteointegración ya sea por la inmovilización de los componentes del tejido circundante, como colágeno o proteínas o por la formación de capas adherentes y biocompatibles. Esta técnica consiste en sumergir o simplemente humectar las superficies de los materiales con los diferentes reactivos químicos, de tal manera que se logre proporcionar una rugosidad específica para que sobre ella crezca una capa de óxido de titanio que logre mejorar la adherencia [26]. Pavón J., (2010) evaluó este tipo de modificación superficial al estudiar la influencia de este tratamiento en la rugosidad del Ti-6Al-4V trabajando con dos distintas soluciones para realizar el ataque, una con ácido fluorhídrico y tres tipos diferentes de inhibidores y la otra con peróxido de Hidrogeno con los mismos tres tipos de inhibidores. Los resultados obtenidos fueron una superficie de Ti-6Al-4V rugosa al realizar el ataque superficial con la solución de HF alcanzando parámetros de rugosidad deseados ( $R_a = 4-5 \mu\text{m}$ ). También encontró que en los ataques con HF la temperatura además del tiempo de exposición son factores importantes en la obtención de la rugosidad.

### **2.5.1.2 Tratamiento electroquímico de anodizado.**

El anodizado es un proceso electroquímico que permite la formación controlada de capas de óxido en la superficie de un metal. El esquema básico de una celda electrolítica se muestra en la figura 2.8. En este proceso, las reacciones del electrodo en combinación con un campo eléctrico, facilitan la difusión de iones de oxígeno hacia el ánodo, formando una película de óxido sobre la superficie de éste. Diferentes tipos de ácidos diluidos se utilizan como electrolito en el proceso, siendo los más utilizados el ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), ácido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ), trióxido de cromo (ácido crómico,  $\text{CrO}_3$ ), el ácido acético ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) y otros.

Las condiciones de trabajo en el proceso determinan las características y el crecimiento de la capa formada; se ha demostrado que es altamente dependiente del electrolito utilizado, la densidad de corriente aplicada, la concentración y temperatura del electrolito, la velocidad de agitación y la relación de área superficial entre el cátodo y ánodo [27]. Generalmente se acepta que la formación de la capa anódica de óxido de titanio sigue de manera razonable la ley de Faraday. El valor de la constante de crecimiento de la capa anódica influye de manera importante en las propiedades de dicha capa anódica, tales como el perfil de la concentración de los defectos y la formación de una capa de un sub-óxido intermedio  $\text{TiO}_{2-x}$  entre la capa de  $\text{TiO}$  del sustrato y la de  $\text{TiO}_2$  más superficial [28].

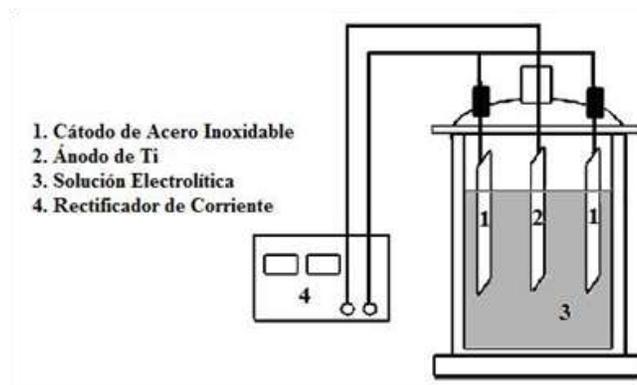


Fig. 2.8 Esquema representativo de una celda electrolítica para el tratamiento superficial de anodizado.

El crecimiento del espesor del óxido ocasiona cambios en la topografía superficial, generando una capa micro o nano porosa con propiedades beneficiosas para los implantes como son, la limpieza de residuos orgánicos e inorgánicos de la superficie, mejora de la resistencia a la corrosión, disminución de la liberación de iones de titanio al medio fisiológico y aumento en la dureza superficial, así como de la resistencia al desgaste [29]. El espesor de la capa de óxido anódico depende casi linealmente del voltaje aplicado. Si es lo suficientemente alto, se generará una corriente iónica que fomentará el crecimiento de la película de óxido. Sin embargo, cuando el voltaje es llevado a valores por encima del límite de ruptura del material, éste no soportará el flujo de corriente, conllevando a la generación de gas y frecuentemente a la emisión de chispas, con una capa de óxido menos uniforme y más porosa [26].

Como resultado del fenómeno de interferencia de la luz, en el proceso de anodizado aparecen diferentes colores a niveles específicos de voltaje (figura 2.9). El fenómeno de interferencia ocurre entre ciertas longitudes de onda reflejadas por la superficie del metal (y que atraviesan la película de óxido), y las longitudes de onda de luz que son reflejadas directamente sobre la superficie del óxido. Cuando la interferencia es constructiva, la superficie del titanio anodizado presenta un color brillante. Si la interferencia es destructiva, se percibirá un color oscuro [30]. Algunos autores han reportado que el color del titanio anodizado no sólo depende del espesor de la película de óxido formada sobre el metal, sino también de la naturaleza química de este óxido [31], [32]; que puede ir desde  $TiO$  hasta el  $Ti_7O_{12}$ . Cada uno de estos óxidos presenta una superficie coloreada. [30].

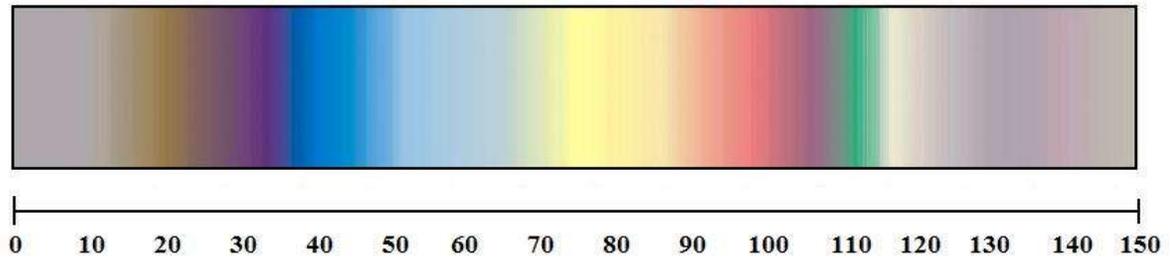


Fig. 2.9 Colores característicos obtenidos después del anodizado del Ti. [30].

## 2.6 Comportamiento a Fatiga del Ti c.p. y el Ti-6Al-4V

El titanio y sus aleaciones son los biomateriales metálicos más utilizados para el reemplazo de tejidos duros como articulaciones de cadera, placas de hueso, tornillos de compresión en cadera, articulaciones de rodilla, instrumentos de columna vertebral e implantes dentales. Estudios recientes [33], [34] confirman que estos dispositivos funcionan bajo condiciones de carga cíclica. La respuesta de un material bajo estas condiciones depende, además de su propia naturaleza, de factores como el acabado superficial, el medio ambiente de trabajo, la temperatura de servicio, el estado de esfuerzo interno, el tamaño de la pieza, los tratamientos a los que se ha sometido el material (mecánicos, físicos, térmicos, químicos) y la técnica de procesamiento utilizada para conformar el material en la pieza deseada.

La acción de cargas cíclicas sobre un determinado componente favorece la aparición de microgrietas, que crecen a medida que se realizan ciclos de carga hasta alcanzar un tamaño tal que la sección residual es incapaz de soportar la carga máxima en el ciclo y finalmente la parte restante falla de manera frágil. Es sabido que un material sometido a esfuerzos repetidos o fluctuantes falla a un nivel de esfuerzo más bajo que el necesario para generar fractura con una sola aplicación de carga. La principal fuente de fallas por fatiga son las inhomogeneidades de los materiales; se ha observado que piezas con igual técnica de procesamiento, dimensión, material y sometidas a las mismas condiciones de carga, fallan por fatiga a diferentes valores de esfuerzo. Debido a esto, los valores de esfuerzo obtenidos fluctúan dentro de un amplio rango, haciéndose necesario un tratamiento estadístico especial para éstos.

Las curvas S-N (esfuerzo, número de ciclos) son los diagramas más utilizados para representar los datos obtenidos como resultado de ensayar hasta la rotura, una serie de probetas bajo la acción de cargas cíclicas (figura 2.10). En este tipo de curvas, el eje de las ordenadas representa los esfuerzos máximos que producen la rotura por fatiga, mientras que el eje de las abscisas, representa el número de ciclos que determinan la duración de la probeta, ajustados a una escala logarítmica. En una curva S-N se pueden distinguir dos zonas: la primera, corresponde a un bajo número de ciclos aplicados (fatiga de bajo ciclaje), y la segunda a un bajo nivel de esfuerzo aplicado (fatiga de alto ciclaje). En la primera zona, el daño generado por fatiga va acompañado del daño producido por las deformaciones plásticas visibles a estos niveles de esfuerzo. En algunos casos, la parte extrema de la segunda zona se asimila a una recta y en otros, a una curva. Cuando la curva S-N se acerca

asintóticamente a la horizontal, el esfuerzo correspondiente se llama límite a fatiga, valor por debajo del cual se presume que el material durara un número infinito de ciclos sin romper. El diagrama para muchos aceros es como el dado por la curva ABC. La curva presenta un codo en  $S = S_e'$  y  $N=10^6$  ciclos, a partir del cual el esfuerzo que produce la falla permanece constante. Otros materiales como el Al, Mg, Cu, aleaciones de Ni, algunos aceros inoxidable y el acero de alto contenido de C entre otros, no poseen límite de resistencia a la fatiga, presentando un comportamiento similar al dado por la curva ABD.

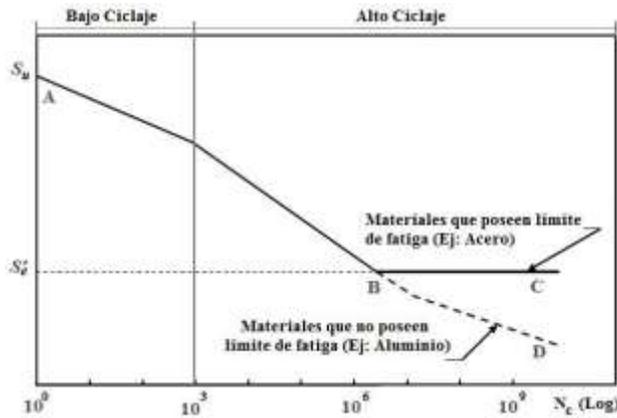


Fig. 2.10 Diagrama S-N o diagrama de Wöhler. Adaptado de [35].

Las cargas que generan fatiga pueden ser de diferentes tipos: tracción, compresión, torsión, combinadas, etc. Estas cargas deben variar su magnitud de un máximo a un mínimo, por esto la relación esfuerzo tiempo puede modelarse como ondas sinusoidales. Dependiendo del número y tipo de cargas aplicadas sobre una pieza es posible producir tres casos diferentes de fatiga, pueden ser; totalmente alternantes cuando el esfuerzo medio es igual a cero ( $\sigma_m=0$ ) (figura 2.11a), cargas repetidas si el esfuerzo medio es diferente de cero ( $\sigma_m \neq 0$ ) pero el esfuerzo mínimo absoluto es igual a cero (figura 2.11b); y el caso más general donde el esfuerzo medio es diferente de cero (figura 2.11c).

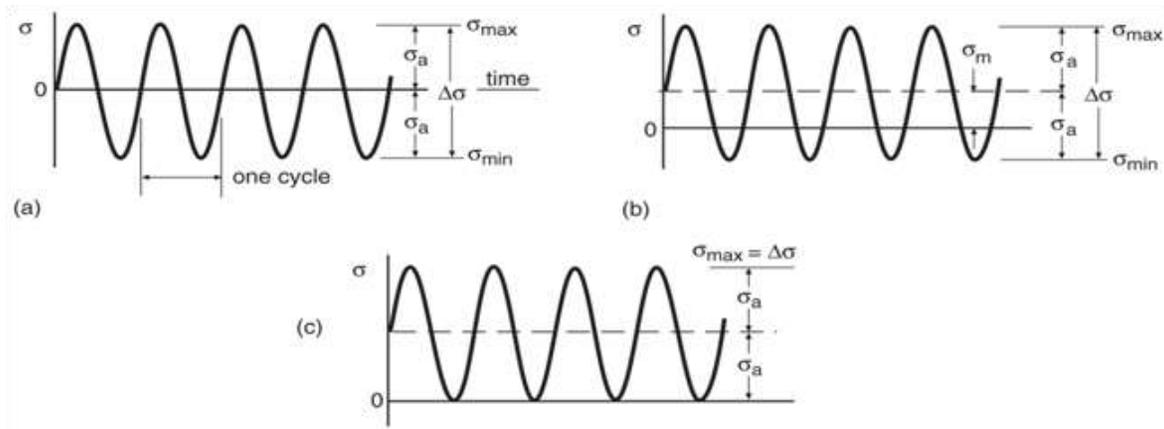


Fig. 2.11 Variaciones sinusoidales del esfuerzo con respecto al tiempo. Adaptado de [35].

Cualquiera que sea la forma de la onda se puede caracterizar mediante dos parámetros; sus componentes medio y alternante, sus valores máximo y mínimo o la relación de estos valores.

Esfuerzo medio ( $\sigma_m$ )

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{max} + \sigma_{min}}{2}$$

Amplitud de esfuerzo ( $\sigma_a$ )

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2}$$

Relación de esfuerzos (R)

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$$

De aquí que cuando el esfuerzo es totalmente alternante  $R=-1$ , y cuando la onda es repetida  $R=0$ . Estos patrones de carga pueden resultar de esfuerzos a flexión, axial, torsional o una combinación de ellos. La figura 2.12 muestra algunas familias de curvas S-N para diversas relaciones de esfuerzos, que varían con las condiciones de carga.

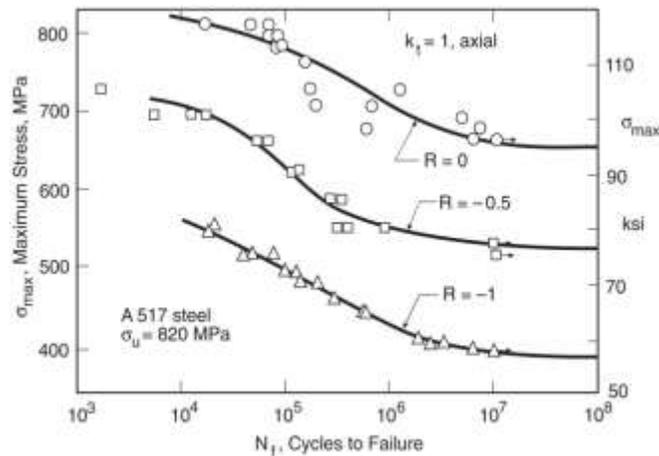


Fig. 2.12 Curvas S-N de un acero para diferentes valores de relación de esfuerzos "R". Adaptado de [35].

Se observa que el comportamiento a fatiga está fuertemente influenciado por la relación R a la que se aplican los esfuerzos cíclicos. Para un mismo nivel de esfuerzo máximo, una disminución de R implica un esfuerzo mínimo menor, y por tanto la amplitud de esfuerzo aumenta, resultando en una menor vida a fatiga del componente

La figura 2.13 muestra los valores del límite de resistencia a la fatiga en aire para el Ti c.p., Ti-6Al-4V, Ti-6Al-7Nb-1Ta, Ti-5Al-2.5Fe y otras aleaciones de Ti, comparando con el límite a fatiga de otros biomateriales metálicos como el acero inoxidable y aleaciones de Co-Cr. El criterio de vida infinita adoptado es  $10^7$  ciclos. Se puede observar que los valores del límite a fatiga para cada material presentan un alto grado de dispersión, debido a que dicho valor es altamente dependiente del proceso de fabricación, la microestructura del material y las condiciones de carga.

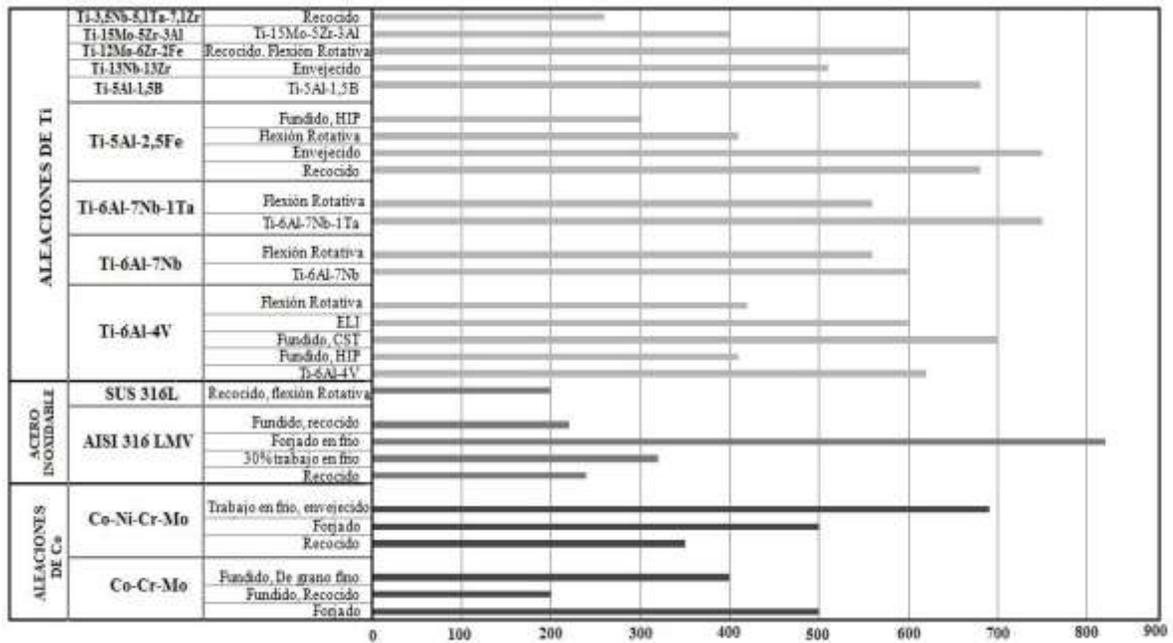


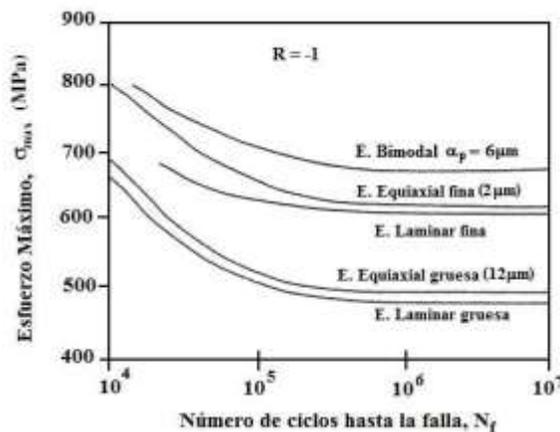
Fig. 2.13 Resistencia a la fatiga de aleaciones de Ti y otros materiales a  $10^7$  ciclos bajo cargas cíclicas uniaxiales y de flexión. Valores en MPa. Adaptado de [18].

Con el fin de mejorar las prestaciones del titanio y sus aleaciones, se han desarrollado diferentes metodologías (métodos químicos, térmicos, mecánicos, electroquímicos, etc.), encaminadas a lograr una mayor tasa de osteointegración de los implantes de titanio, y con ello, la disminución de los micromovimientos en la interfaz hueso/implante, asociados con el aflojamiento de los implantes y su eventual fallo a largo plazo. En este sentido Aparicio (2006), ha señalado que una adecuada modificación superficial de los implantes de titanio, conduce a un mejor anclaje y adhesión de los osteoblastos cultivados sobre dichos sustratos *in vitro*. Todas las modificaciones superficiales tienen una influencia significativa en el comportamiento a fatiga; en algunos casos los tratamientos utilizados introducen esfuerzos residuales de compresión que conllevan a un aumento en la vida a fatiga de los componentes. Sin embargo, en otros casos, aunque mediante la modificación superficial se obtiene un aumento en las propiedades biofuncionales, se encuentra que la vida a fatiga de los componentes decae significativamente.

Aparicio, y colaboradores (2002) evaluaron el comportamiento a fatiga de implantes dentales SK y S4 (Klockner, S.L) previamente modificados con tratamiento de granallado, realizaron ensayos de fatiga bajo condición de tensión- compresión, con una relación de esfuerzos de  $R = -1$  en medio fisiológico simulado a  $37^{\circ}\text{C}$ . Estos autores, comprobaron que el tratamiento de proyección produce un estado compresivo en la superficie del titanio que hace que las grietas por fatiga (generadas en la superficie) retarden su nucleación, produciendo una mayor vida a fatiga y dando una mejor respuesta mecánica del implante dental a largo plazo, comparado con otros métodos utilizados para aumentar la rugosidad. Asimismo Pazos (2006) evaluó el comportamiento a fatiga del Ti c.p. grado 4 con 3 tratamientos superficiales: ataque ácido, granallado, granallado + ataque ácido. Realizaron

ensayos de fatiga en flexión rotativa (relación de esfuerzos  $R = -1$ ), encontrando que el ataque ácido produce una disminución significativa en la vida a fatiga mientras que el granallado y el granallado + ataque ácido no genera variaciones respecto al material de referencia. Por otra parte *Rodriguez* (1999) realizó ensayos de fatiga a tracción– compresión, con relación de esfuerzos  $R = -1$  sobre barras de Ti-6Al-4V modificadas mediante tratamiento térmico superficial por difusión gaseosa de nitrógeno a alta temperatura, encontrando que la resistencia a fatiga a bajo ciclaje se reduce hasta un 10% con respecto al material base, sugiriendo que esto se debe a cambios en la microestructura del material y no por la capa superficial de nitruros de titanio.

La relación entre la microestructura y el comportamiento a fatiga del titanio ha sido objeto de diferentes estudios; se conoce que el límite a fatiga de aleaciones tipo  $\beta$  es bajo y que en aleaciones tipo  $\alpha+\beta$  el límite a fatiga es mayor en la microestructura equiaxial en comparación con la microestructura Widmanstätten [36]. La figura 2.14 muestra curvas S-N para las diferentes microestructuras de la aleación Ti-6Al-4V en aire, se observa una marcada influencia de la microestructura sobre el comportamiento a fatiga, también es posible observar que las microestructuras bimodal y equiaxial exhiben un límite a fatiga superior, influenciado por el tamaño de grano [9]. La disminución en el tamaño de grano aumenta el límite elástico y reduce la longitud de desplazamiento tendiendo a mejorar la resistencia a fatiga.



*Fig. 2.14* Curvas S-N para las diferentes microestructuras del Ti-6Al-4V ELI obtenidas en fatiga por flexión rotativa, en aire. Adaptado de [9].

La figura 2.15 muestra curvas S-N para el Ti-6Al-4V ELI con microestructura equiaxial y Widmanstätten en comparación con el acero inoxidable SUS 316 recocido. Los ensayos de fatiga se realizaron por flexión rotativa en aire y en fluido fisiológico simulado (solución Ringer). El acero inoxidable, presenta una marcada diferencia entre el número de ciclos alcanzados hasta la falla en fluido fisiológico y en el aire; mientras que los resultados obtenidos en el Ti-6Al-4V muestran equivalencia en los dos medios [33].

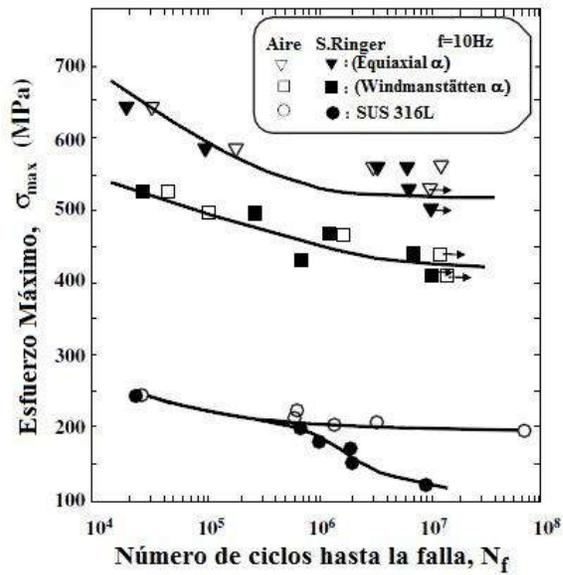


Fig.2.15 Curvas S-N para el Ti-6Al-4V ELI y Acero Inoxidable SUS 316L obtenida en fatiga por flexión rotativa, en aire y solución Ringer. Adaptado de [33].

La figura 2.16 muestra la variación del límite a fatiga del Ti-6Al-4V con diferentes límites elásticos a causa de la concentración de elementos intersticiales. Al aumentar la concentración de elementos como O, N, C, H, aumenta la resistencia al movimiento de las dislocaciones dificultando la deformación plástica en el material, evitando la formación y propagación de microgrietas e incrementando el límite a fatiga [9].

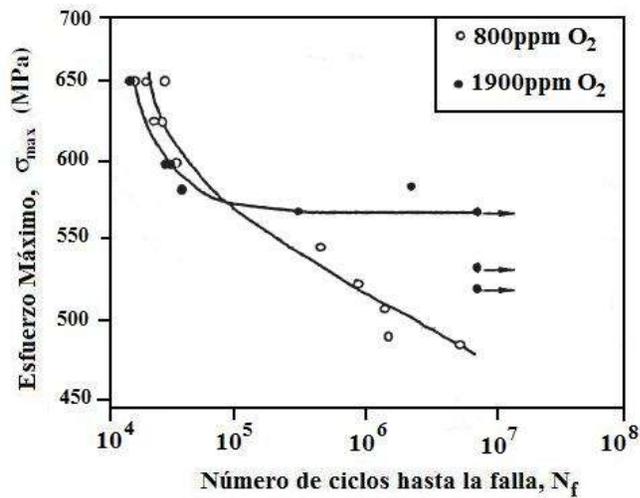


Fig.2.16 Variación del comportamiento a fatiga con el contenido de elementos intersticiales. Adaptado de [9].

### 3. MATERIALES Y MÉTODOS

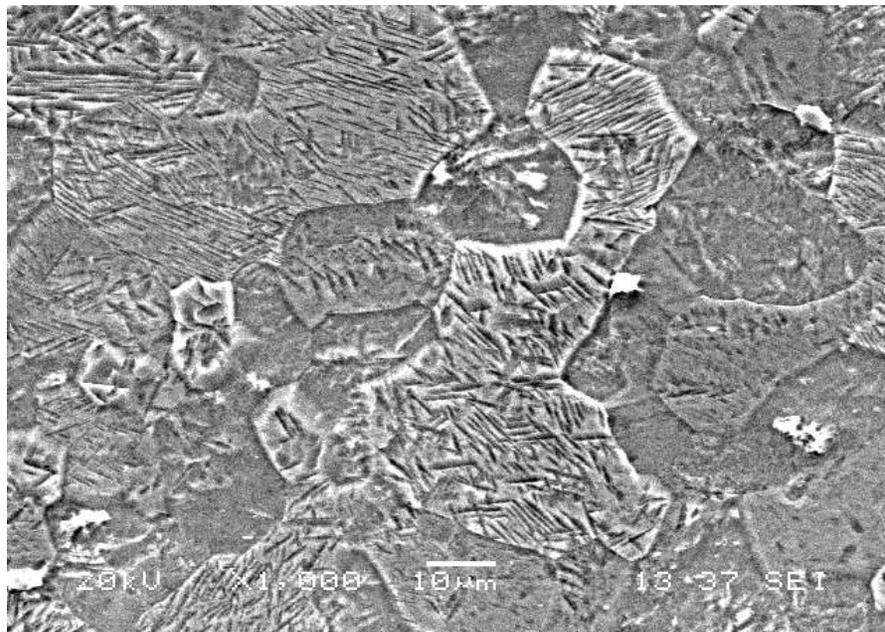
#### 3.1 Material Estudiado

El Ti c.p. grado 2 y la aleación Ti-6Al-4V ELI fue suministrado por la empresa VULCANIUM METALS INCORPORATED en láminas de 300mm X 300mm X 3mm. La composición química nominal del Ti c.p. grado 2 según la norma ASTM F-67-06 se muestra en la tabla 4.1 y la composición química del Ti-6Al-4V ELI según la norma ASTM F-136-08e1 se muestra en la tabla 4.2

*Tabla 3.1 Composición química nominal del Ti c.p. grado 2 según la norma ASTM f-67-06*

Titanio c.p.	N	C	O2	Fe	H	Ti
Grado 2	0,005	0,010	0,110	0,090	0,005	Bal.

La figura 3.1 muestra la microestructura del Ti c.p. grado 2 en estado de suministro. Corresponde a la microestructura equiaxial, obtenida cuando el material fue trabajado en frío y recocido a temperaturas inferiores a la de  $\beta$ -Transus.

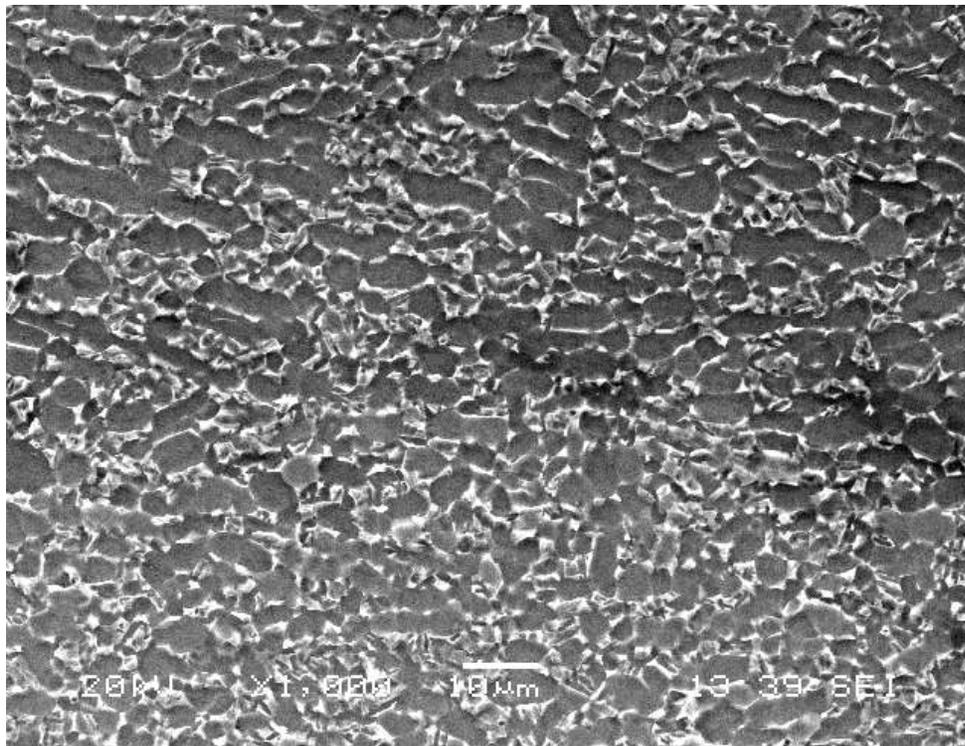


*Fig. 3.1 Microestructura equiaxial del Ti c.p. correspondiente al material en estado de suministro.*

La figura 3.2 muestra la microestructura de la aleación Ti-6Al-4V en estado de suministro. Las zonas oscuras corresponden a matriz  $\beta$  y las zonas claras a granos equiaxiales de fase  $\alpha$  y placas de Widmanstätten de fase  $\alpha$  de pequeño tamaño. Está microestructura es conocida como del tipo mill-annealed.

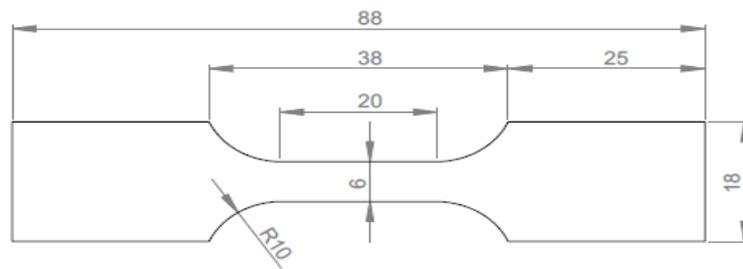
*Tabla 3.2 Composición química del Ti-6Al-4V según la norma ASTM F-136-08e1*

ALEACIÓN	N	C	O2	Al	V	Fe	H	Ti
Ti-6Al-4V	0,012	0,008	0,130	6,010	4,140	0,170	0,004	Bal.

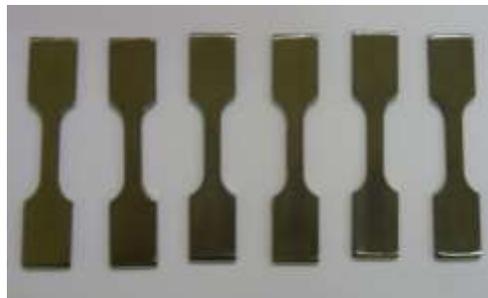


*Fig.3.2 Microestructura mill-annealed del Ti-6Al-4V correspondiente al material en estado de suministro.*

A partir de las láminas se realizó el corte de las probetas siguiendo la técnica de corte por chorro de agua abrasivo, las probetas utilizadas son de tipo dog-bone y se muestran en la figura 3.3. El material cortado y listo para las modificaciones superficiales se muestra en la figura 3.4.



*Fig. 3.3 Geometría de las probetas ensayadas. Medidas en mm*



*Fig. 3.4 Material cortado y pulido*

### ***3.2 Aplicación del tratamiento superficial de Ataque ácido***

Para el ataque químico, las muestras de *Ti c.p.* y de *Ti-6Al-4V* fueron preparadas metalográficamente y desengrasadas por ultrasonido antes del ataque químico. Posteriormente, las muestras se sumergieron en solución de ácido fluorhídrico (*HF*) al 2% en volumen, durante 2 horas manteniendo una temperatura de 50°C. Mostradas en la figura 3.5



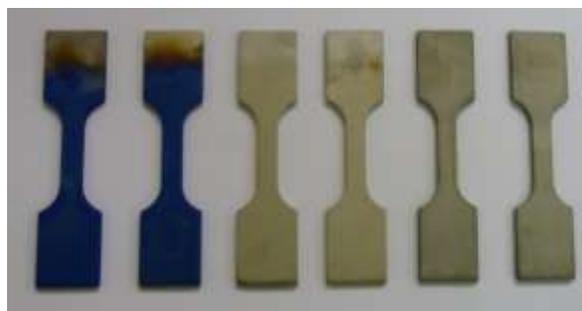
*Fig.3.5 Probetas de *Ti c.p.* y *Ti-6Al-4V* sumergidas en concentración de *HF**

### ***3.3 Aplicación del tratamiento superficial de Anodizado***

Posteriormente las probetas fueron sometidas al proceso de anodizado; para esto se atacaron en solución de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) y ácido fluorhídrico (HF) como parte del decapado para eliminar los óxidos presentes en las superficie. El anodizado se llevo a cabo en una celda electroquímica elaborada con acrílico, usando como cátodo placas de acero inoxidable de 4cm de ancho por 7cm de largo. Se hizo circular corriente y se obtuvieron colores como amarillo pálido para el anodizado a 4V durante 2 minutos y color azul oscuro para el anodizado a 18V durante 15 minutos para lograr la formación de una capa superficial porosa de óxido de titanio. El montaje experimental se muestra en la figura 3.6 y las probetas de material en la figura 3.7.



***Fig. 3.6 Montaje experimental para el tratamiento superficial de anodizado***



***Fig. 3.7 Probetas después del tratamiento superficial de anodizado***

### ***3.4 Microscopia Electrónica De Barrido***

La observación de las superficies de las muestras después de las modificaciones superficiales, se llevó a cabo por Microscopio Electrónico de Barrido (Jeol JSM-6490LV), ver Figura 3.8, usando el microscopio electrónico se realizaron ensayos cualitativos de rugosidad. Se obtuvieron micrografías a X1000, X1500, X2000 y X3000 aumentos, trabajando con 20 kV.



*Fig. 3.8 Microscopio Electrónico de Barrido Jeol JSM-6490LV*

### ***3.5 Rugosímetro de Contacto***

El análisis cuantitativo de la rugosidad se hizo utilizando un rugosímetro de contacto (perfilómetro) Surfrest SJ-201 P, Mitutoyo con punta palpadora de diamante con diámetro de 2  $\mu\text{m}$  en la punta. Figura 3.9.



*Fig. 3.9 Montaje medición de rugosidad con Rugosímetro Mitutoyo SJ-201P*

Se analizaron 3 probetas de cada condición de voltaje y se realizaron 3 lecturas de rugosidad para cada una de ellas. Las lecturas se llevaron a cabo a lo largo de la parte ancha de la probeta, espaciando 1 o 2 mm entre cada una de ellas. Se calcularon valores para 4 parámetros de descripción vertical (o en altura) del perfil:  $R_a$ ,  $R_q$ ,  $R_y$ ,  $R_z$ ; y 2 parámetros de descripción horizontal (espaciado):  $P_c$ , HSC las descripciones y los cálculos de estos parámetros se realizaron de acuerdo a la norma ISO 4287:1997.

$R_a$ =	Media aritmética de las desviaciones del perfil
$R_q$ =	Media de la raíz cuadrada de las desviaciones del perfil
$R_y$ =	Máxima altura del perfil
$R_z$ =	Altura de diez puntos irregulares
$P_c$ =	Número de picos
HSC =	Número de puntos altos

Las condiciones de medida de los ensayos fueron las siguientes:

Longitud de la muestra ( $L_m$ )	15mm
Pre-travel	0,400mm
Post-travel	0,125mm
Tipo de filtro	Gaussiano
Longitud de cut-off ( $\lambda_c$ )	0,800 mm/s
Longitud de avance del palpador	0,2 mm/s
N° de Probetas ensayadas/ tratamiento	3
N° de lecturas por probeta	3

### ***3. 6 Caracterización mecánica bajo cargas monotónicas***

El comportamiento de los materiales bajo la acción de cargas monotónicas se evaluó utilizando una máquina universal de ensayos Shimadzu AG-I capacidad 100 kN, figura 3.10. Se realizaron ensayos de tracción siguiendo la norma ASTM E8, determinando el módulo elástico, resistencia a la fluencia y resistencia última a la tracción para cada tratamiento de modificación superficial realizado.



*Fig. 3.10 Máquina universal de ensayos Shimadzu AG-I*

### ***3.7 Caracterización mecánica bajo cargas cíclicas***

El comportamiento de los materiales bajo la acción de cargas cíclicas se evaluó utilizando una máquina servohidráulica MTS Landmark (figura 3.11). Se realizaron ensayos de fatiga uniaxial: tensión-tensión bajo una relación de esfuerzos  $R = 0,1$  ( $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$ ) siguiendo la norma (ASTM E 739 -91). El criterio de vida infinita establecido fue de  $1 \times 10^6$  ciclos, las frecuencias de aplicación de carga variaron entre 3 y 5 Hz, dependiendo del material.



*Fig. 3.11 Máquina de fatiga MTS Landmark.*

El límite de resistencia a la fatiga ( $S_e$ ) se determinó siguiendo el método estadístico “*Staircase*” o método de la escalera, el cual ha sido desarrollado teniendo como base las ecuaciones de Dixon y Mood. Este método es ampliamente utilizado para determinar estadísticamente la resistencia a la fatiga para un nivel de vida específico.

De acuerdo con esta metodología se toma un grupo de 15 probetas. La primera probeta se ensaya a un nivel de esfuerzo ligeramente superior que la resistencia a fatiga estimada. El valor de partida escogido en este trabajo fue el correspondiente al 30% de la resistencia última a la tracción SUT de cada material sin proceso y con las modificaciones superficiales realizadas. Si la primera probeta falla antes de alcanzar  $1 \times 10^6$  ciclos, la siguiente probeta se evalúa a un nivel de esfuerzo inferior correspondiente a la reducción del 2% de la resistencia última a la tracción del material, si por el contrario la probeta sobrevive al número de esfuerzos establecido, el siguiente ensayo se realiza a un nivel de esfuerzo superior, correspondiente a un incremento del 2% de la resistencia última a la tracción. Así, los ensayos se continúan con la secuencia descrita en la cual cada probeta se evalúa a un nivel de esfuerzo que depende del resultado del ensayo inmediatamente anterior.

Una vez finalizada la secuencia de ensayos se procede a calcular la media de los datos (1) y su desviación estándar a un nivel de confianza del 95% (2) siguiendo las ecuaciones establecidas en el método de *Collins (1993)*.

$$\tilde{S}_e = S_0 + \Delta S \left( \frac{A}{N} \pm 0,5 \right)$$

$$\sigma = 1,62 \cdot \Delta S \left[ \frac{NB - A^2}{N^2} + 0,029 \right]$$

Donde,

$\tilde{S}_e$	Estimado estadístico del límite de resistencia a la fatiga
$N$	Número total de eventos menos frecuentes
$S_0$	Es el valor de carga al mínimo nivel de esfuerzo considerado que contenga al menos una falla.
$\Delta S$	Es el tamaño de paso
$i$	Nivel de esfuerzo
$n_i$	Cantidad de eventos menos frecuentes en cada nivel de esfuerzo
A	$\sum i \cdot n_i$
B	$\sum i^2 \cdot n_i$

## 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1 ANALISIS DE LA RUGOSIDAD

#### 4.1.1 Inspección visual

En las figuras 4.1 y 4.2 se muestra el aspecto macroscópico de las probetas de Ti c.p. grado 2 y de Ti-6Al-4V con ataque químico y posterior anodizado. Se puede observar, que el color superficial desarrollado por las muestras de Ti c.p. anodizado y de Ti-6Al-4V parece estar relacionado con el voltaje aplicado, además del tiempo del proceso. La coloración de las probetas muestra concordancia con lo reportado por [30], [28] para probetas de Ti c.p. grado 2 y para Ti-6Al-4V atacadas químicamente con HF y posteriormente anodizadas con  $\text{CrO}_3$ .



*Fig. 4.1* Aspecto macroscópico de probetas de Ti c.p. grado 2 atacadas químicamente con HF y anodizadas. a) 4V X 2min, b) 18V X 15min



*Fig. 4.2* Aspecto macroscópico de probetas de Ti6-Al-4V. atacadas químicamente con HF y anodizadas a) 4V X 2min, b) 18V X 15min

La diferencia de potencial aplicado entre el ánodo y cátodo en el proceso de oxidación anódica, determina el espesor de la película de óxido formada sobre la superficie del titanio, lográndose mayores espesores para voltajes de anodizado más altos [37]. Durante el proceso de anodizado se obtienen espesores de capas transparentes, las cuales por efecto de refracción de la luz presentan una respuesta en la longitud de onda, caracterizando un color específico [38]. Autores como *Karambakhsh* (2011) y *Pérez del Pino* (2002) evaluaron el color de anodizado y su influencia en la resistencia a la corrosión del Ti c.p.; estos autores, encontraron que al incrementar el voltaje en el proceso, aumentaba el espesor de la película de óxido, pero a su vez disminuía el índice de refracción de la misma. Por otro lado, observaron también que a medida que aumentaba el voltaje de anodizado de 5 a 80V, incrementaba la tasa de corrosión, debido a un incremento en la porosidad de la película de óxido a altos voltajes. Los resultados obtenidos, con respecto al voltaje aplicado, coloración y espesor de la película de óxido en probetas de Ti c.p. se muestran en la tabla 4.1, el tiempo de anodizado fue de  $30 \pm 1$  s, utilizando como electrolito solución de ácido sulfúrico.

**Tabla 4.1.** Relación entre el voltaje aplicado, coloración y espesor de la película de óxido en probetas de Ti c.p.  
Adaptado de [30].

PROBETA	VOLTAJE	ESPESOR PELÍCULA DE OXIDO [nm]
	4	44
	10	84
	15	59
	20	63
	25	68
	30	78
	35	94
	40	90
	45	95

## 4.2 ANALISIS CUALITATIVO DE LA RUGOSIDAD (SEM)

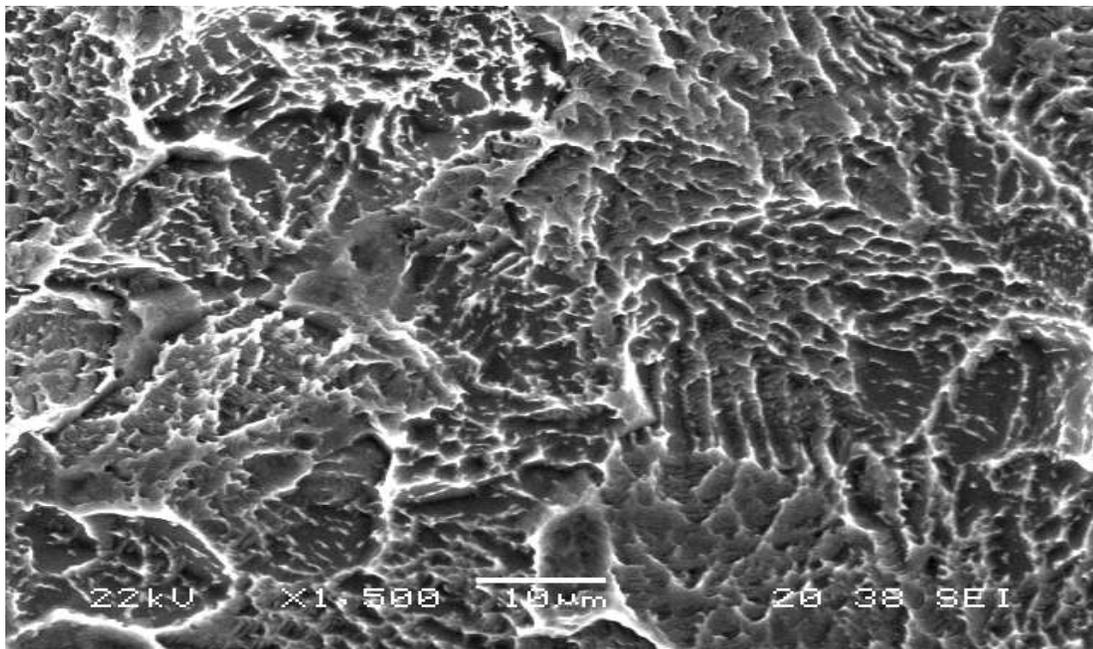
En las figuras 4.3 a 4.12 se muestra la topografía de las probetas de Ti c.p grado 2 con los diferentes tratamientos de modificación superficial y en las figuras 4.13 a 4.22 la topografía de las probetas de Ti-6Al-4V. Las imágenes fueron obtenidas por microscopía electrónica de barrido con diferentes aumentos.

#### 4.2.1 Microscopía Electrónica de Barrido para el Ti c.p.

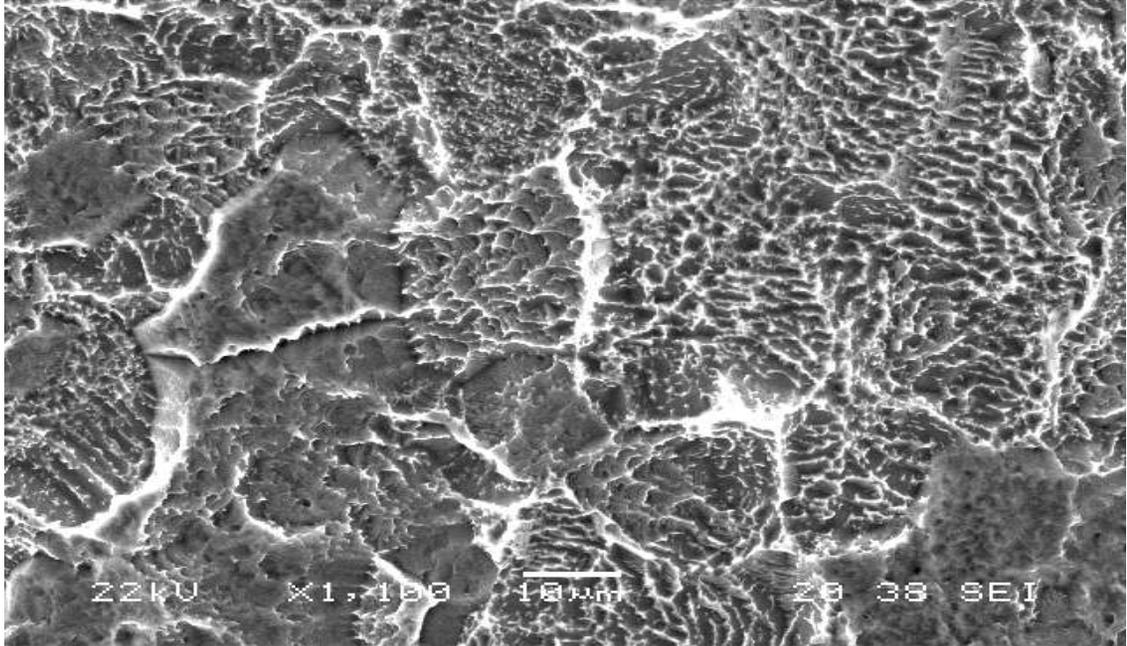
La topografía de las muestras de Ti c.p. grado 2 atacadas químicamente con HF y posteriormente anodizadas a 4V y 18V, muestran superficies con picos suaves y redondeados, con ausencia de poros (figuras 4.3-4.10).

Las muestras con tratamiento químico de HF, sin anodizar, presentan superficies con un mayor grado de rugosidad (figuras 4.3- 4.6), mayor número de picos por unidad de longitud debido principalmente a la no agitación de la solución y la evolución preferencial del hidrogeno en el proceso [28].

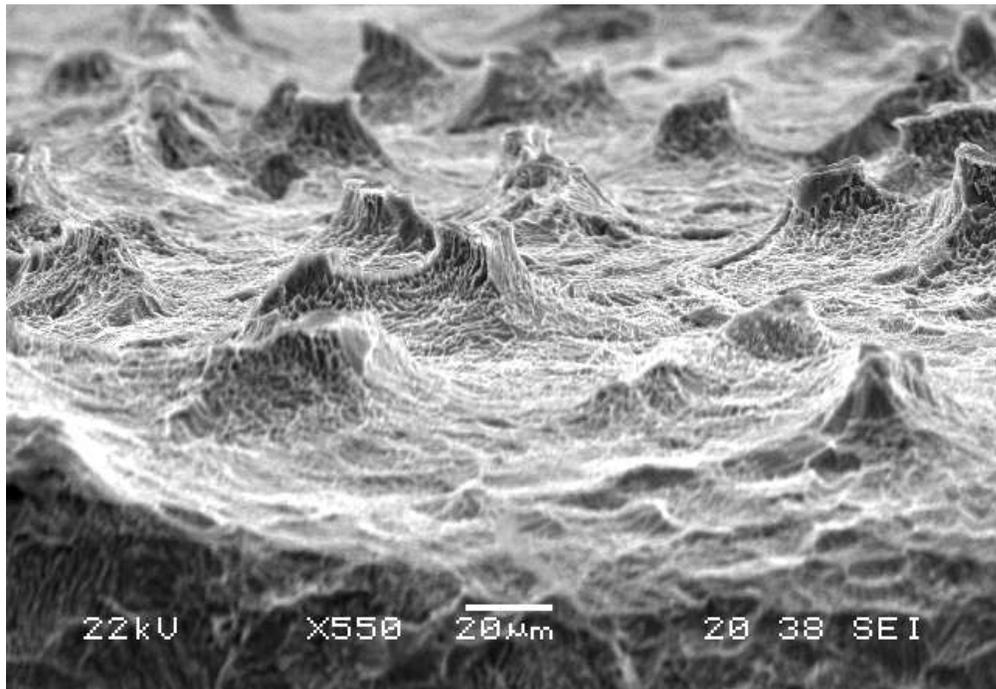
En las figuras 4.7 a 4.10 se muestran micrografías de probetas que fueron atacadas con HF y posteriormente anodizadas; en estas se puede apreciar una ligera disminución de la rugosidad exhibiendo picos suaves y redondeados para las dos condiciones de voltaje y tiempo. Este efecto del anodizado, se debe a que el HF ataca preferencialmente los bordes de grano del metal, que se convierten en arcos eléctricos durante el paso de corriente, dando lugar al perfil de rugosidad que se muestra en las figuras 4.7 a 4.10. La punta de los picos y los fondos de los valles de este perfil de rugosidad, al poseer una energía superficial mayor al resto de la superficie, son más reactivos y por lo tanto, presentan una mayor disolución anódica; como consecuencia en estas zonas se experimenta un rebaje por redondeo y, por lo tanto, la superficie experimenta una disminución de la rugosidad total [28], [30].



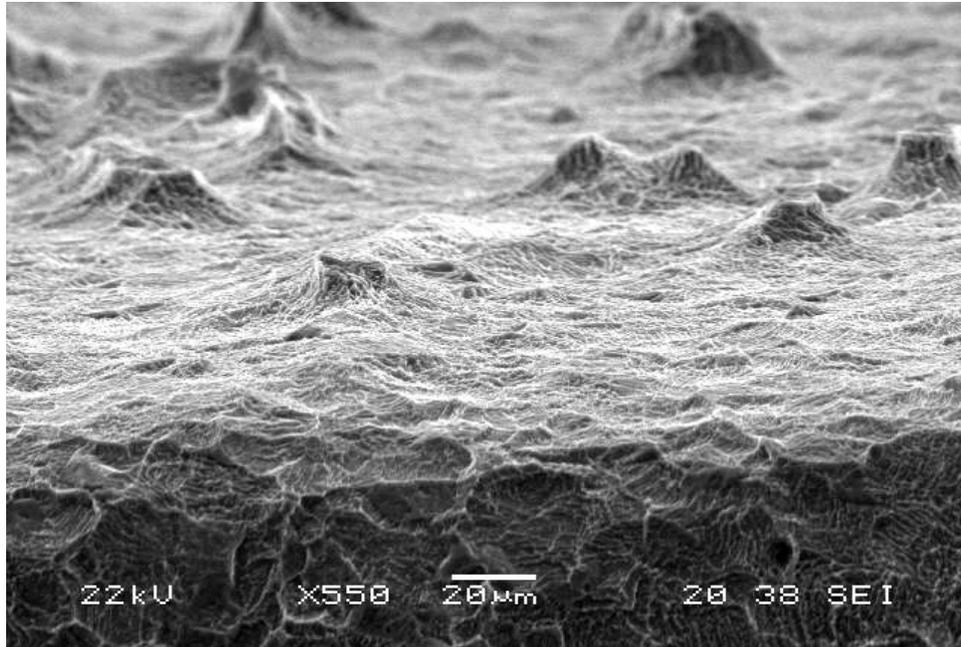
*Fig. 4.3* Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF. (X 1.500)



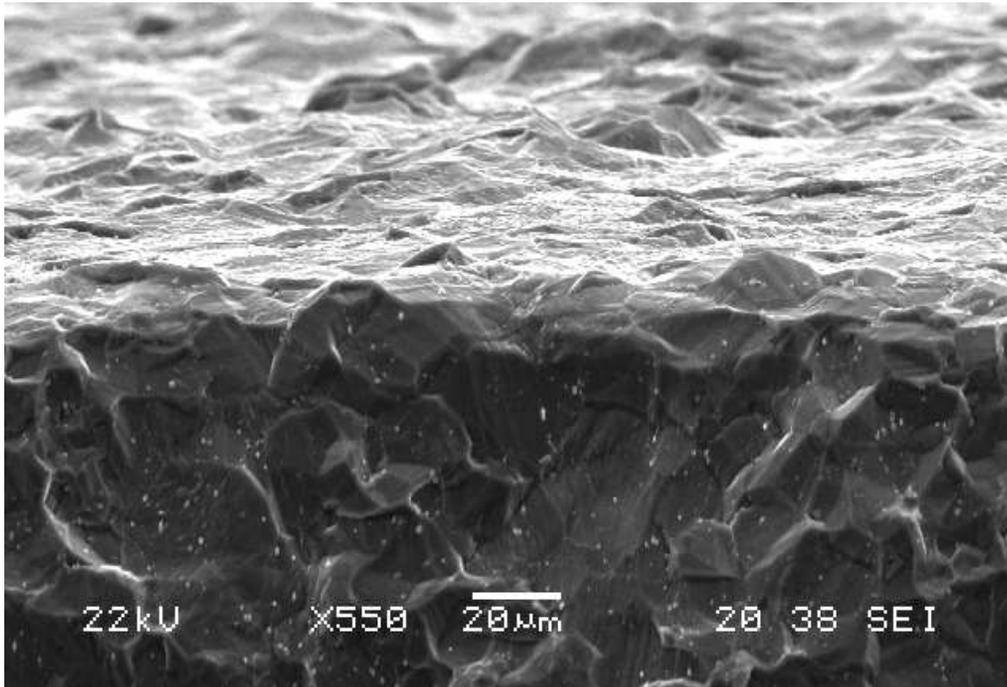
*Fig. 4.4* Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF. (X 1.100)



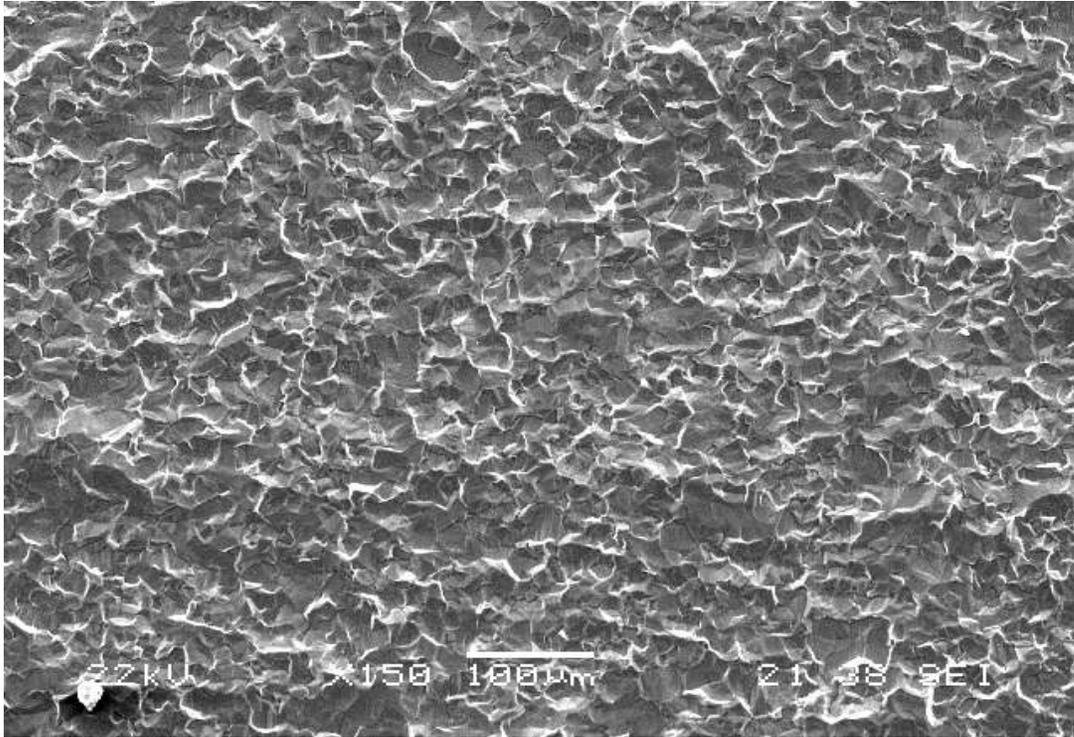
*Fig. 4.5* Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF. (X 550)



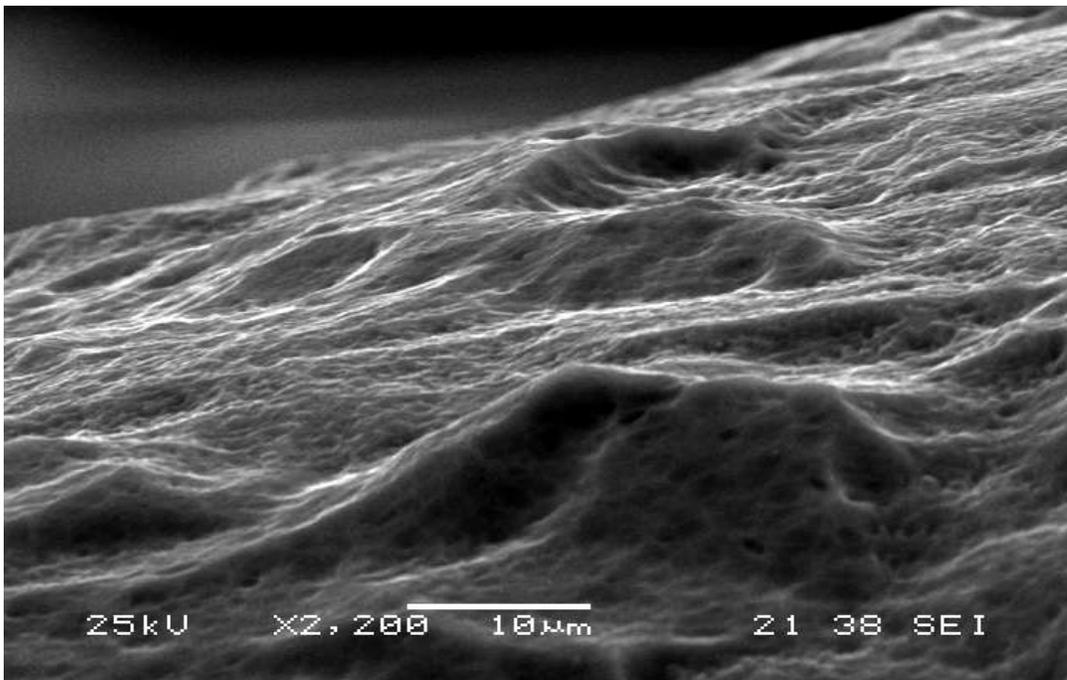
*Fig. 4.6 Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF. (X 550)*



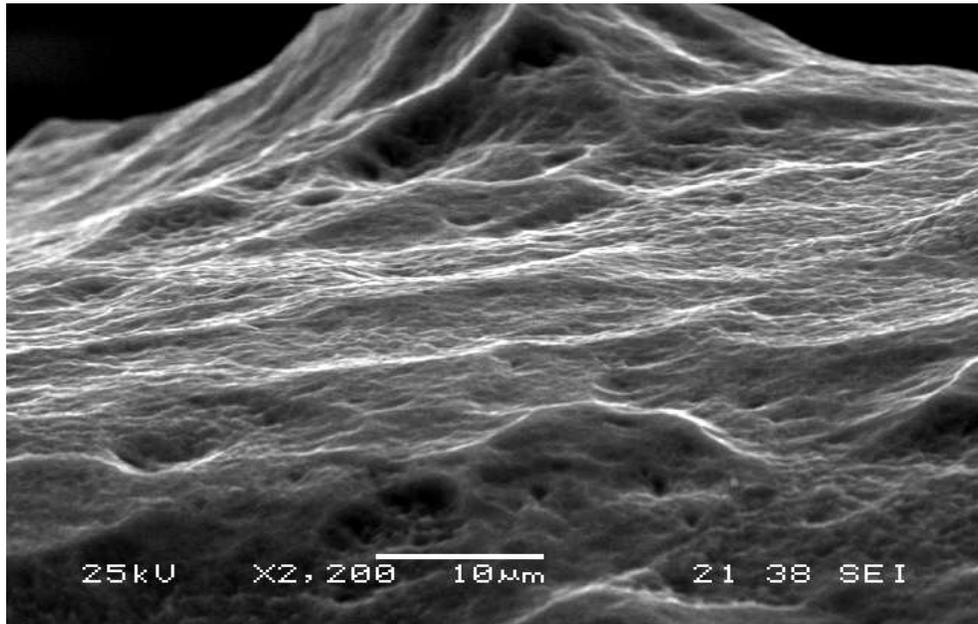
*Fig. 4.7 Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V X 2 minutos. (X 550).*



*Fig. 4.8 Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V X 2minutos. (X 150).*



*Fig. 4.9 Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 18V X 15minutos. (X 2.200)*



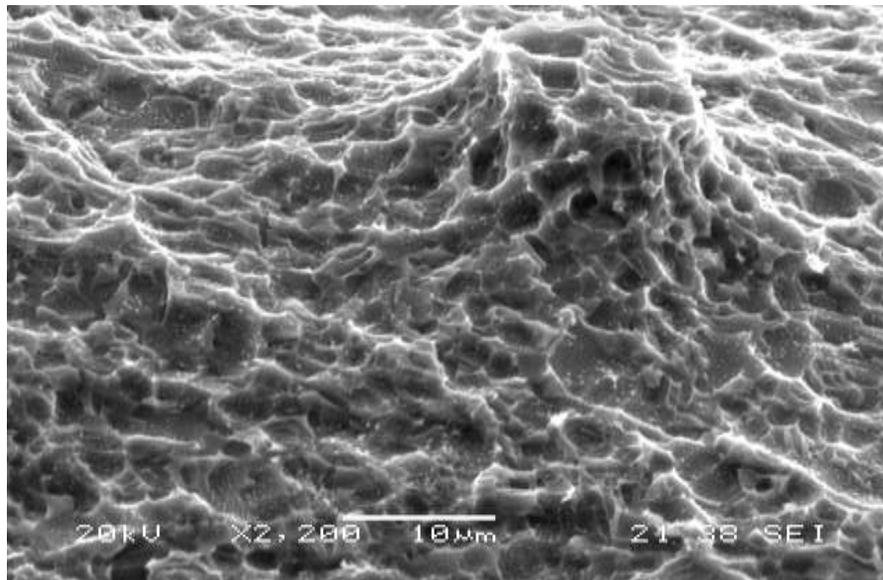
*Fig. 4.10 Micrografía SEM de Ti c.p. grado 2 atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 18V X 15 minutos. (X 2.200)*

#### **4.1.2 Microscopía Electrónica de Barrido para el Ti-6Al-4V**

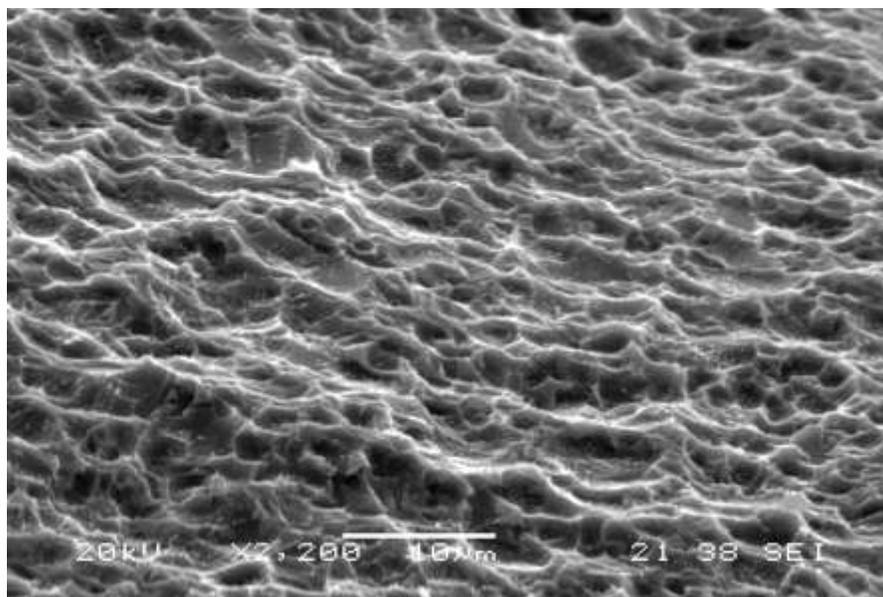
Las figuras 4.11 a 4.20 muestran las superficies de probetas de Ti-6Al-4V con ataque químico, y con ataque químico y posterior anodizado. En estas se observa una superficie de rugosidad micrométrica; una estructura porosa con agujeros semiesféricos con diámetros que varían entre 0,5 y 2,3  $\mu\text{m}$ . Estudios experimentales [39], [40] indican que esta estructura con poros micrométricos facilita la adhesión celular, la fijación de fibrina y células osteogénicas. Y este efecto da lugar a una rápida regeneración y una mejor calidad del tejido óseo [41].

La superficie de las probetas sometidas únicamente al tratamiento químico muestra un perfil de rugosidad mayor. Esto, ya que de manera similar a lo que sucede durante un ataque metalográfico el HF ataca preferentemente los bordes de grano (matriz  $\beta$ ), generando los valles del perfil de rugosidad, mientras que los picos son los senos de los granos parcialmente atacados (fase  $\alpha$ ). La superficie de las probetas posteriormente anodizadas presentan un perfil de rugosidad más suave al parecer generado por un efecto de redondeo sobre los picos y valles del perfil de rugosidad inducido por el tratamiento con HF. En el anodizado los picos y valles previamente formados, incluso los asociados a eliminación superficial de fase  $\alpha$ , se vuelven redondeados debido a la formación de la capa anódica adyacente a los mismos [28]. La configuración de la estructura porosa de estas probetas parece no cambiar ni con el tiempo de exposición ni con el incremento del voltaje. Respecto a lo anterior, diversos autores [27], [28] plantean que tanto el tiempo de exposición como

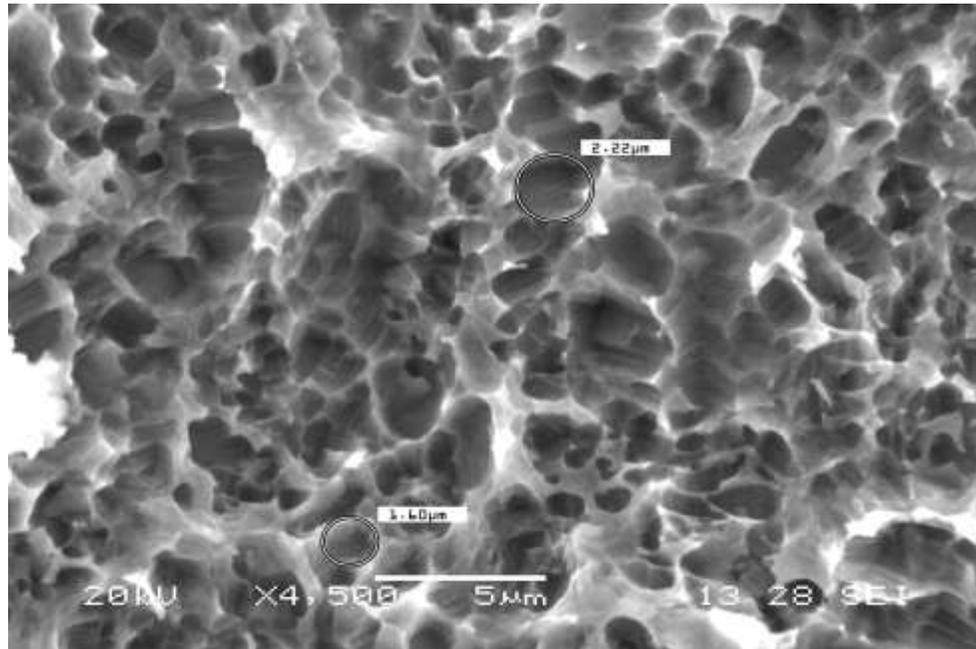
el voltaje aplicado están relacionados con el espesor de la capa de óxido de titanio anódico; es así como, se obtienen mayores espesores para voltajes de anodizados más altos, teniendo en cuenta que el patrón de crecimiento de la capa de óxido depende de la densidad de corriente, la concentración y temperatura de la solución electrolítica. Es de esperarse que al aumentar el voltaje, la capa se vuelva irregular, probablemente debido a la conexión de unos poros con otros. A partir de ciertos voltajes se presentan rupturas en las uniones de la capa que corresponden a las zonas más delgadas dentro de la estructura porosa [28].



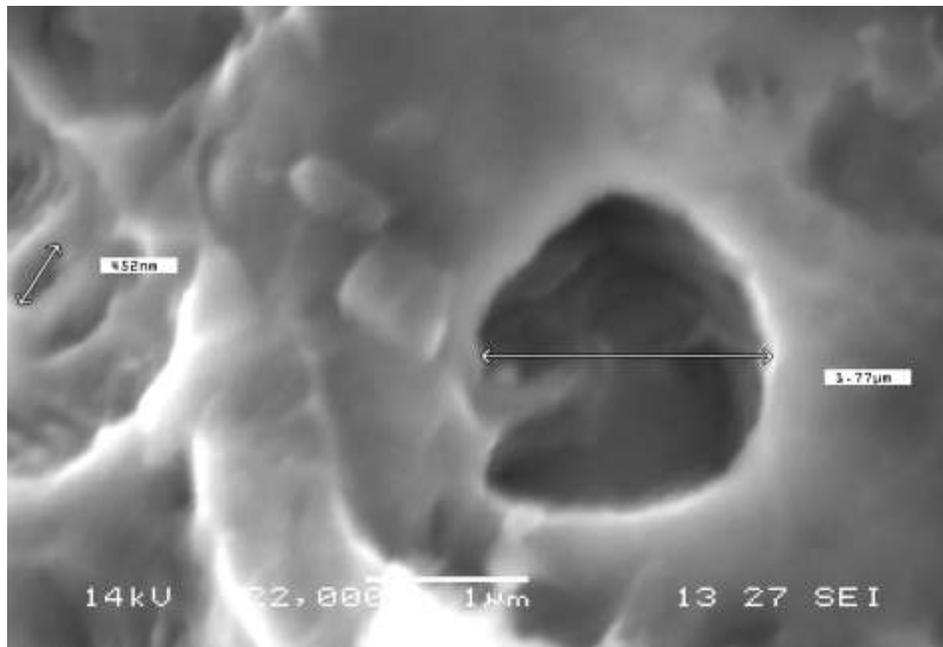
**Fig. 4.11** Micrografía SEM de Ti-6Al-4V atacada con HF (X 2.200)



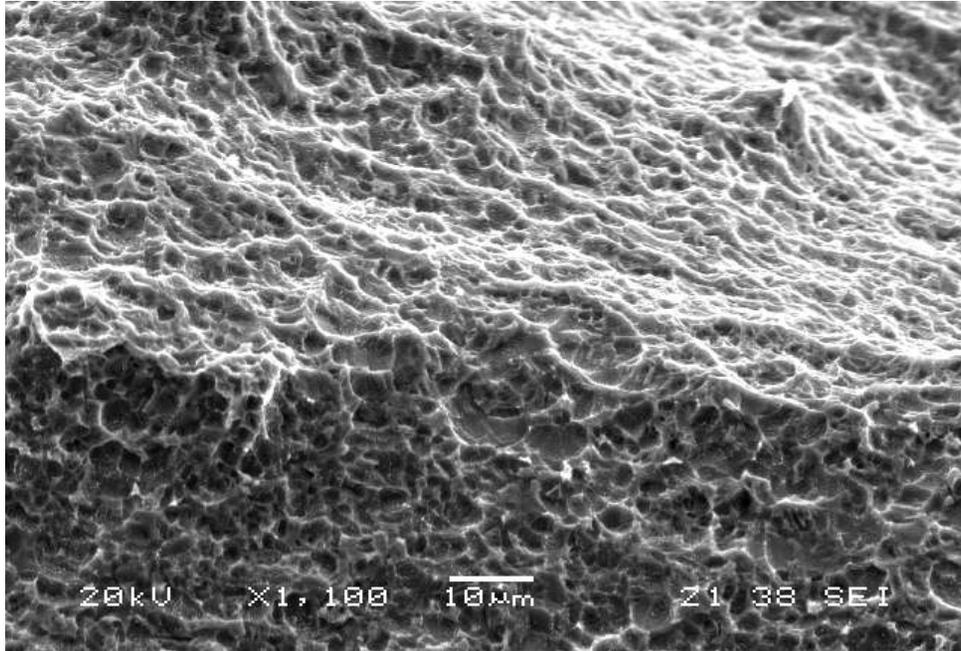
**Fig. 4.12** Micrografía SEM de Ti-6Al-4V atacada con HF (X 2.200)



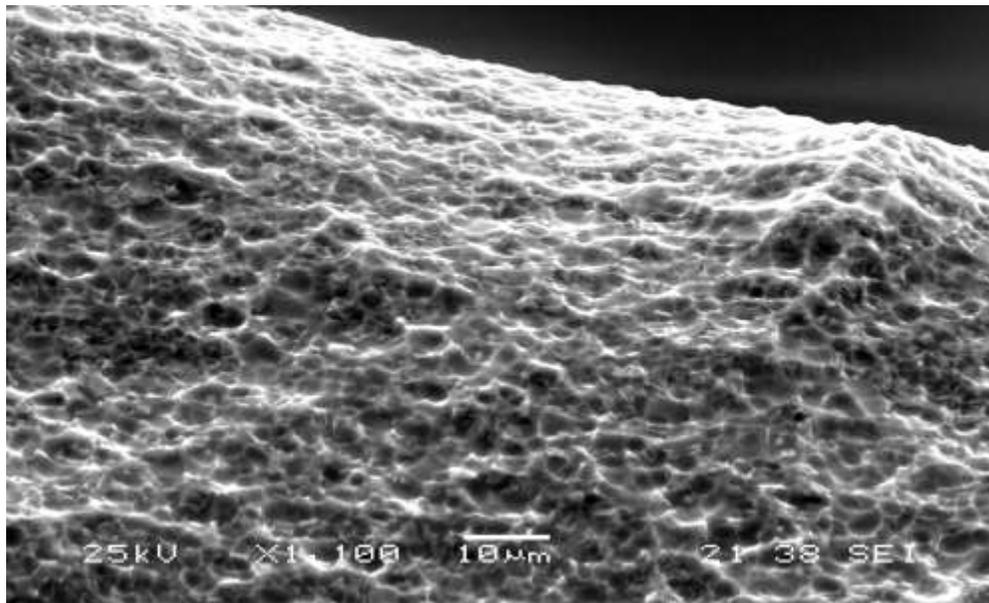
*Fig. 4.13* Micrografía SEM de Ti-6Al-4V atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X 4.500)



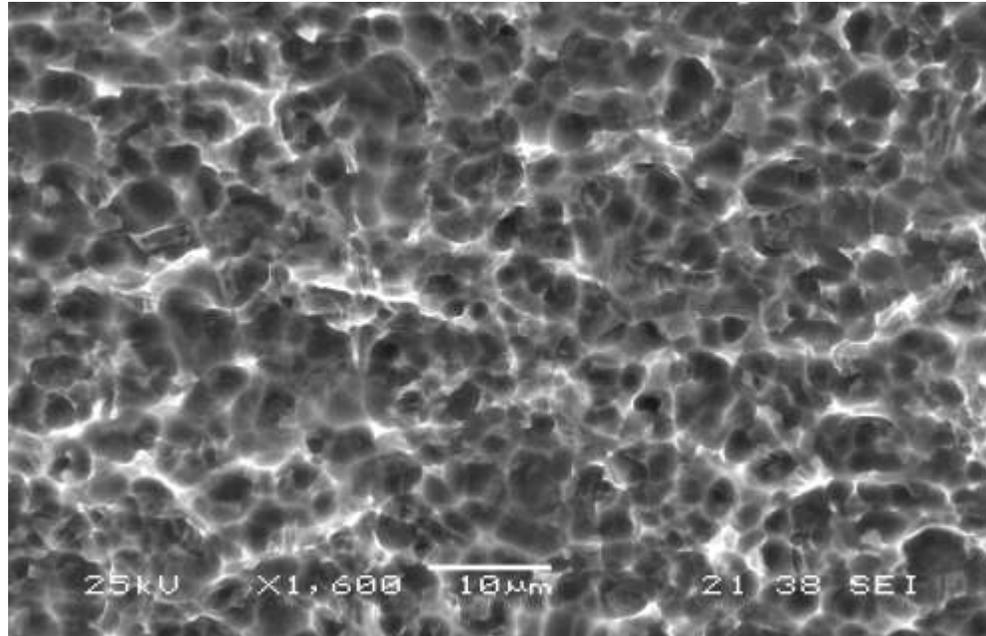
*Fig. 4.14* Micrografía SEM de Ti-6Al-4V atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X 22.000)



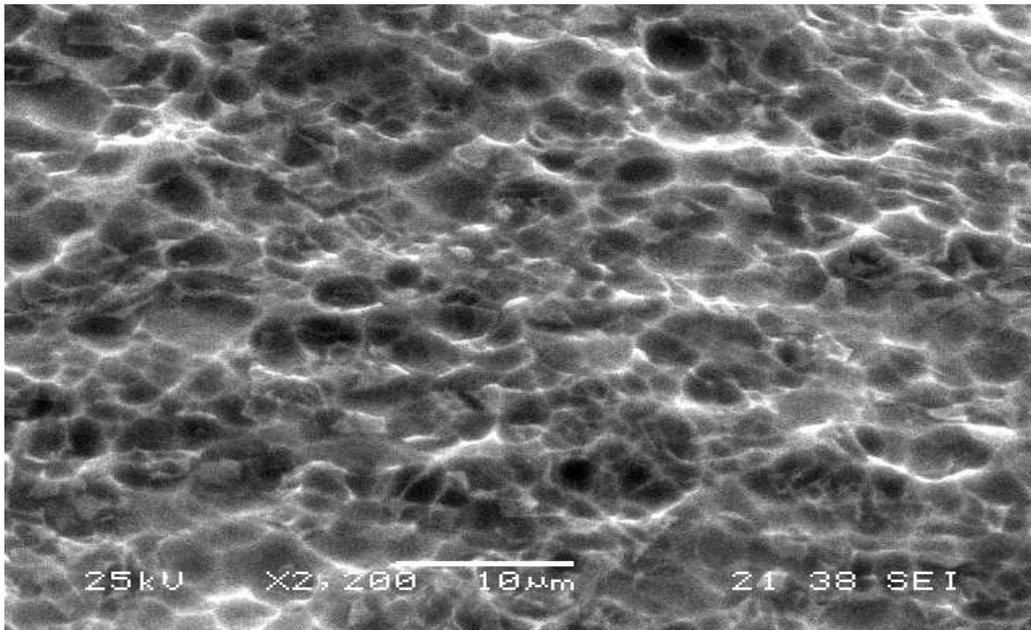
*Fig. 4.15 Micrografía SEM de Ti-6Al-4V atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X 1.100)*



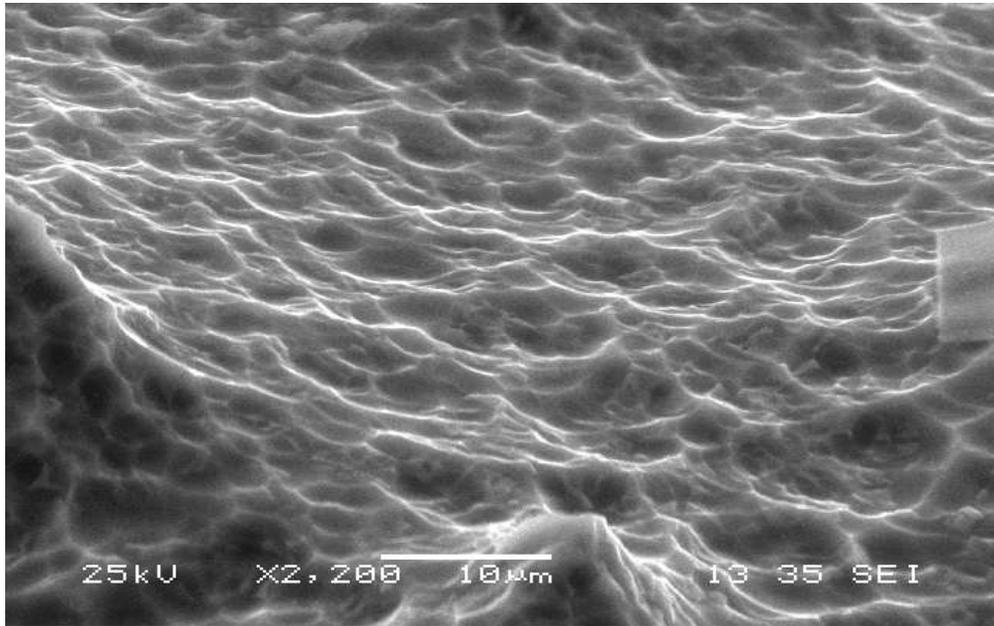
*Fig. 4.16 Micrografía SEM de Ti-6Al-4V atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X 1.100)*



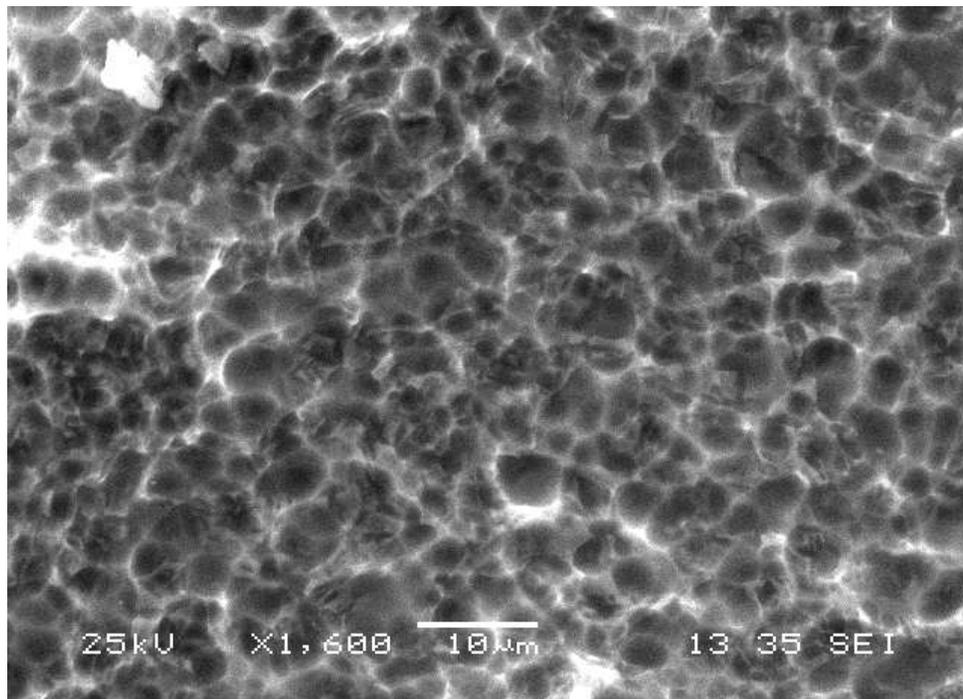
*Fig. 4.17 Micrografía SEM de Ti-6Al-4V atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X 1.600)*



*Fig. 4.18 Micrografía SEM de Ti-6Al-4V atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 4V (X 2.200)*



*Fig. 4.19 Micrografía SEM de Ti-6Al-4V atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 18V X 15min. (X 2.200).*



*Fig. 4.20 Micrografía SEM de Ti-6Al-4V atacada con HF y posterior tratamiento electroquímico a 18V X 15min. (X 1.600)*

### 4.3 ANÁLISIS CUANTITATIVO DE LA RUGOSIDAD (Perfilometría de contacto)

#### 4.3.1 Análisis cuantitativo de la rugosidad para el Ti c.p.

A continuación en la tabla 4.2, se muestran los valores medios de los parámetros de rugosidad calculados para el Ti c.p. con las modificaciones superficiales realizadas. Las tablas 4.2 a 4.8 muestran los valores promedios y errores comparando los valores obtenidos para cada parámetro en cada uno de los tratamientos realizados. Los resultados del parámetro de altura vertical Ra, así como los dos de espaciamiento PC y HSC se muestran en forma comparativa en las gráficas de las figuras 4.21 a 4.23.

*Tabla 4.2. Valores promedio, desviación y error estándar de los parámetros de rugosidad, para el Ti c.p. con tratamientos superficiales de HF y anodizado.*

MATERIAL		Ra	Rq	Ry	Rz	PC	HSC
Ti c.p	promedio	0,747	0,999	2,992	3,775	4,203	6,577
	desviación	0,192	0,266	1,702	1,167	3,483	2,227
	Error	0,061	0,084	0,538	0,369	1,102	0,704
Ti c.p HF	promedio	2,603	3,334	7,837	14,704	11,835	11,768
	desviación	0,3966	0,5103	1,0156	1,9758	1,6712	1,6339
	Error	0,1254	0,1614	0,3211	0,6248	0,5285	0,5167
Ti c.p HF+4V	promedio	2,596	3,249	8,182	14,825	11,633	11,474
	desviación	0,174	0,202	0,905	1,067	1,595	1,594
	Error	0,055	0,064	0,286	0,337	0,504	0,504
Ti c.p HF+18V	promedio	2,527	3,225	7,797	14,793	6,575	11,429
	desviación	0,432	0,605	1,040	2,301	4,050	1,683
	Error	0,799	1,020	2,466	4,678	2,079	3,614

*Tabla 4.3. Valores promedio y error del parámetro de altura Ra para el Ti c.p. con los diferentes tratamientos superficiales.*

PARAMETRO	CONDICIÓN	PROMEDIO	ERROR	
Ra	Sin proceso	A	0,747	±0,061
	HF	B	2,603	±0,1254
	HF+4V	C	2,596	±0,055
	HF+18V	D	2,527	±0,799

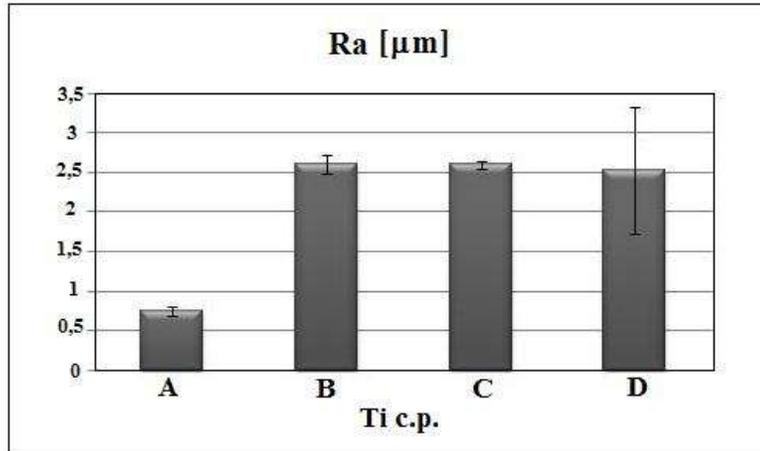


Fig. 4.21 Representación gráfica de los valores de Ra para el Ti c.p. bajo las diferentes condiciones superficiales.

Tabla 4.4. Valores promedio y error del parámetro Rq para el Ti c.p. con los diferentes tratamientos superficiales.

PARAMETRO	CONDICIÓN	PROMEDIO	ERROR	
Rq	Sin proceso	A	0,999	±0,084
	HF	B	3,334	±0,161
	HF+4V	C	3,249	±0,064
	HF+18V	D	3,225	±1,020

Tabla 4.5. Valores promedio y error del parámetro Ry para el Ti c.p. con los diferentes tratamientos superficiales.

PARAMETRO	CONDICIÓN	PROMEDIO	ERROR	
Ry	Sin proceso	A	2,992	±0,538
	HF	B	7,837	±0,321
	HF+4V	C	8,182	±0,286
	HF+18V	D	7,797	±2,466

Tabla 4.6. Valores promedio y error del parámetro Rz para el Ti c.p. con los diferentes tratamientos superficiales.

PARAMETRO	CONDICIÓN	PROMEDIO	ERROR	
Rz	Sin proceso	A	3,775	±0,369
	HF	B	14,704	±0,625
	HF+4V	C	14,825	±0,337
	HF+18V	D	14,793	±4,678

Tabla 4.7. Valores promedio y error del parámetro de espaciamento PC para el Ti c.p. con los diferentes tratamientos superficiales.

PARAMETRO	CONDICION	PROMEDIO	ERROR	
PC	Sin proceso	A	4,203	±1,102
	HF	B	11,835	±0,529
	HF+4V	C	11,633	±0,504
	HF+18V	D	6,575	±2,079

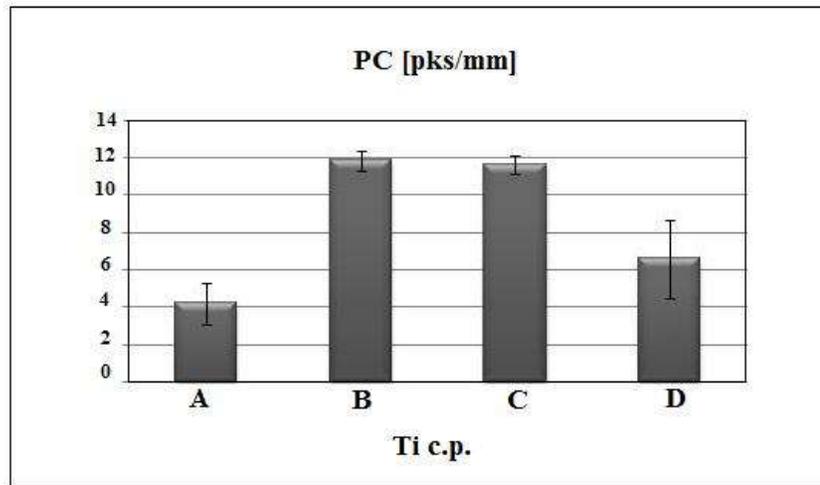


Fig. 4.22 Representación grafica de los valores de PC para el Ti c.p. bajo las diferentes condiciones superficiales.

Tabla 4.8 Valores promedio y error del parámetro de espaciamento HSC para el Ti c.p. con los diferentes tratamientos superficiales.

PARAMETRO	CONDICION	PROMEDIO	ERROR	
HSC	Sin proceso	A	6,577	±0,704
	HF	B	11,768	±0,517
	HF+4V	C	11,474	±0,504
	HF+18V	D	11,429	±3,614

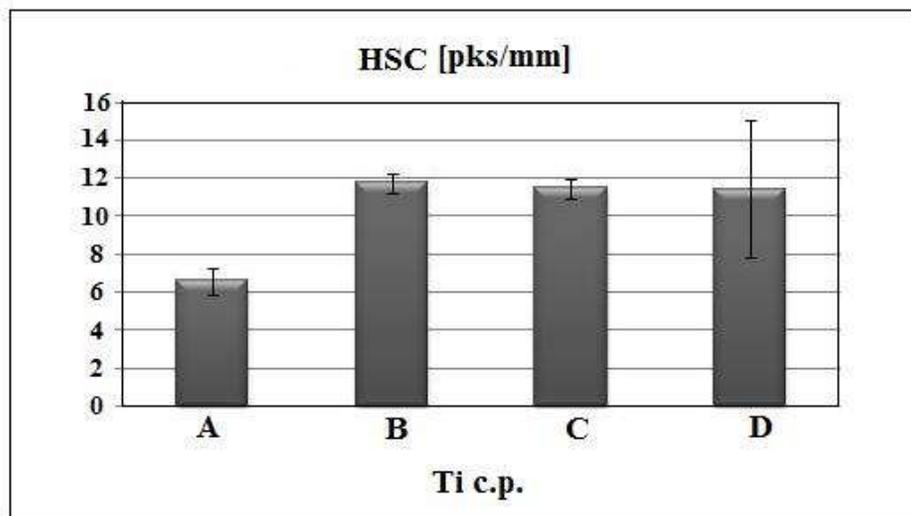


Fig. 4.23 Representación grafica de los valores de HSC para el Ti c.p. bajo las diferentes condiciones superficiales.

La representación grafica del parámetro Ra (figura 4.21) indica que el máximo valor alcanzado es de 2,603  $\mu\text{m}$  que corresponde a las muestras atacadas con HF. Para estas mismas muestras se obtienen los valores más altos de Rq, Ry, PC y HSC. Los valores de Ra para las muestras anodizadas a 4 y 18V son 2,596 $\mu\text{m}$  y 2,527 $\mu\text{m}$  respectivamente, resultados que se encuentran dentro del rango establecido (2 a 10 $\mu\text{m}$ ) para mejorar la fijación del implante a corto plazo y ofrecer mayor estabilidad mecánica [30], [42]. Estos parámetros de rugosidad maximizan el anclaje entre el hueso y la superficie de un implante [25].

Con respecto a las muestras anodizadas, estudios anteriores [30] muestran que para voltajes superiores a 12V, el Ra disminuye conforme aumenta el tiempo de anodizado en un mismo valor de voltaje. Para voltajes inferiores a este valor, el Ra no muestra una tendencia clara, aunque parece aumentar conforme aumenta el tiempo de tratamiento para un mismo voltaje. En el presente trabajo los valores de Ra de las muestras anodizadas a 4V y 18V del presente trabajo no muestran diferencias significativas, lo que nos hace suponer que es necesario variar las concentraciones de HF y/o un tiempo de inmersión más prolongado. Por otra parte, los valores de Ra obtenidos son semejantes a los reportados por *Arias* (2011), para muestras de Ti c.p. en el cual obtuvieron valores de Ra en el rango de 1,692 y 2,070  $\mu\text{m}$ , bajo condiciones de experimentación similares.

#### 4.2.2 Análisis cuantitativo de la rugosidad para el Ti-6Al-4V

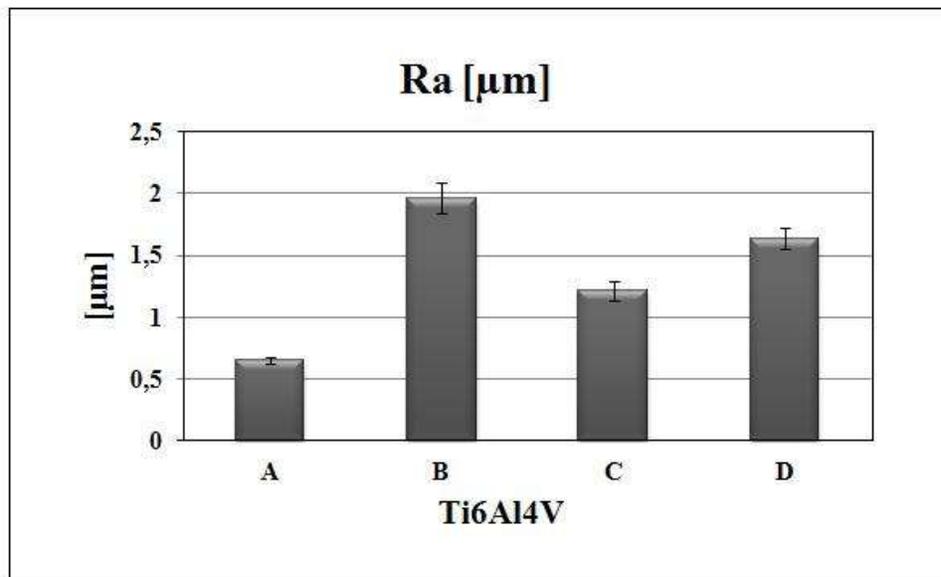
En la tabla 4.9, se muestran los valores medios de los parámetros de rugosidad calculados para el Ti-6Al-4V con las modificaciones superficiales realizadas. Las tablas 4.10 a 4.15 muestran los valores promedios y errores comparando los valores obtenidos para cada parámetro en cada uno de los tratamientos realizados. Los resultados del parámetro de altura vertical Ra, así como los dos de espaciamento PC y HSC se muestran en forma comparativa en las gráficas de las figuras 4.24 a 4.26.

*Tabla 4.9. Valores promedio, desviación y error estándar de los parámetros de rugosidad, para el Ti-6Al-4V con tratamientos superficiales de HF y anodizado.*

MATERIAL		Ra	Rq	Ry	Rz	PC	HSC
Ti-6Al-4V	promedio	0,650	0,781	2,378	3,462	7,188	7,187
	desviación	0,095	0,090	1,338	0,541	0,777	0,544
	Error	0,030	0,029	0,423	0,171	0,246	0,172
Ti-6Al-4V HF	promedio	1,963	2,423	4,709	11,315	5,135	0,209
	desviación	0,405	0,487	1,102	2,353	1,509	0,056
	Error	0,128	0,154	0,348	0,744	0,477	0,018
Ti-6Al-4V HF+4V	promedio	1,214	1,539	2,962	7,347	6,808	0,151
	desviación	0,229	0,291	0,577	1,514	1,272	0,024
	Error	0,073	0,092	0,182	0,479	0,402	0,008
Ti-6Al-4V HF+18V	promedio	1,637	1,983	3,878	8,824	6,287	0,165
	desviación	0,274	0,296	0,627	0,964	1,296	0,031
	Error	0,087	0,094	0,198	0,305	0,410	0,010

**Tabla 4.10.** Valores promedio y error del parámetro de altura Ra para el Ti-6Al-4V con los diferentes tratamientos superficiales.

PARAMETRO	CONDICIÓN		PROMEDIO	ERROR
Ra	Sin proceso	A	0,650	±0,030
	HF	B	1,963	±0,128
	HF+4V	C	1,214	±0,073
	HF+18V	D	1,637	±0,087



**Fig. 4.24** Representación grafica de los valores de Ra para el Ti-6Al-4V bajo las diferentes condiciones superficiales.

**Tabla 4.11** Valores promedio y error del parámetro Rq para el Ti-6Al-4V con los diferentes tratamientos superficiales.

PARAMETRO	CONDICIÓN		PROMEDIO	ERROR
Rq	Sin proceso	A	0,781	±0,029
	HF	B	2,423	±0,154
	HF+4V	C	1,539	±0,092
	HF+18V	D	1,983	±0,094

**Tabla 4.12** Valores promedio y error del parámetro Ry para el Ti-6Al-4V con los diferentes tratamientos superficiales.

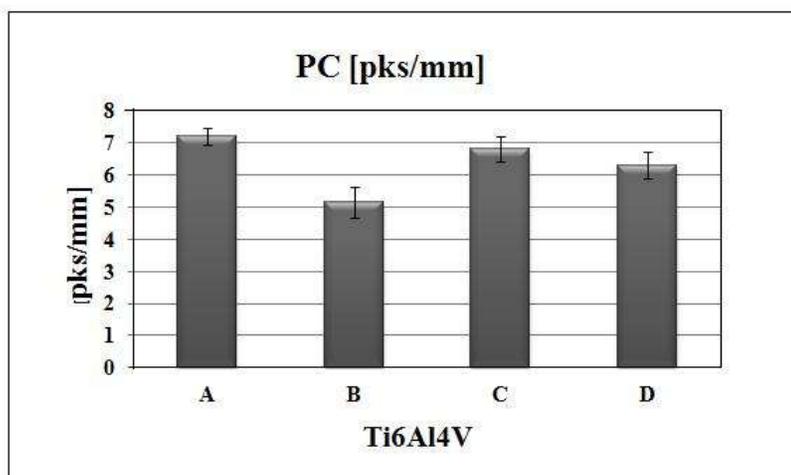
PARAMETRO	CONDICIÓN		PROMEDIO	ERROR
Ry	Sin proceso	A	2,378	±0,423
	HF	B	4,709	±0,348
	HF+4V	C	2,962	±0,182
	HF+18V	D	3,878	±0,198

**Tabla 4.13** Valores promedio y error del parámetro Rz para el Ti-6Al-4V con los diferentes tratamientos superficiales.

PARAMETRO	CONDICIÓN		PROMEDIO	ERROR
<b>Rz</b>	<b>Sin proceso</b>	A	3,462	±0,171
	<b>HF</b>	B	11,315	±0,744
	<b>HF+4V</b>	C	7,347	±0,479
	<b>HF+18V</b>	D	8,824	±0,305

**Tabla 4.14.** Valores promedio y error del parámetro PC para el Ti-6Al-4V con los diferentes tratamientos superficiales.

PARAMETRO	CONDICIÓN		PROMEDIO	ERROR
<b>PC</b>	<b>Sin proceso</b>	A	7,188	±0,246
	<b>HF</b>	B	5,135	±0,477
	<b>HF+4V</b>	C	6,808	±0,402
	<b>HF+18V</b>	D	6,287	±0,410



**Fig. 4.25** Representación grafica de los valores de PC para el Ti-6Al-4V bajo las diferentes condiciones superficiales.

**Tabla 4.15.** Valores promedio y error del parámetro HSC para el Ti-6Al-4V con los diferentes tratamientos superficiales.

PARAMETRO	CONDICIÓN		PROMEDIO	ERROR
<b>HSC</b>	<b>Sin proceso</b>	A	0,129	±0,017
	<b>HF</b>	B	0,209	±0,018
	<b>HF+4V</b>	C	0,024	±0,008
	<b>HF+18V</b>	D	0,165	±0,010

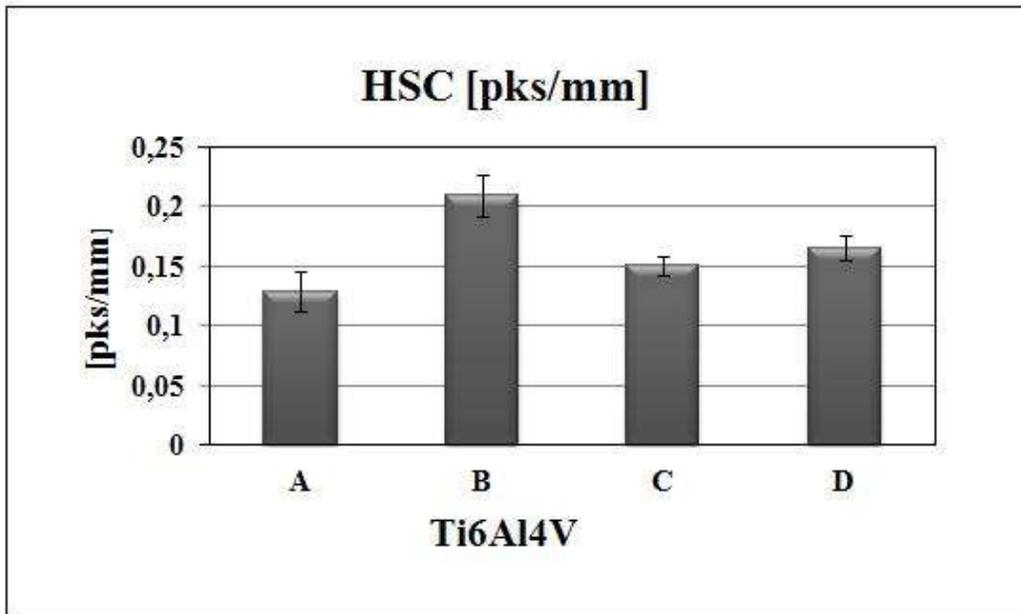


Fig. 4.26 Representación gráfica de los valores de HSC para el Ti-6Al-4V bajo las diferentes condiciones superficiales.

Teniendo en cuenta que el Ti-6Al-4V es menos resistente a la corrosión, era de esperar que sus valores de rugosidad fueran superiores a los del Ti c.p., sin embargo los valores de Ra encontrados en este trabajo registran valores similares a los del Ti c.p. La representación gráfica del parámetro Ra muestra que el máximo valor alcanzado es de 1,963  $\mu\text{m}$  para las muestras atacadas con HF, las muestras atacadas químicamente y posteriormente anodizadas registran un Ra de 1,214  $\mu\text{m}$  para 4V y un Ra de 1,637  $\mu\text{m}$  para 18V. Es de resaltar que el Ti-6Al-4V al presentar una estructura bifásica de granos equiaxiales de fase  $\alpha$  en matriz  $\beta$  y sabiendo que el ataque químico es preferencial en los bordes de grano de la matriz  $\beta$ , debería generarse una diferencia de potencial entre las fases presentes, dando lugar a una oxidación microgalvánica superior a la del Ti c.p. y por lo tanto presentar un perfil de rugosidad mayor.

Estos valores similares de Ra, indican que la menor resistencia a la corrosión del Ti-6Al-4V no se ve reflejada en este parámetro vertical. Sin embargo, al observar los parámetros horizontales; PC y HSC, es posible establecer que estos son mayores en el Ti c.p. Por otra parte las imágenes de SEM también confirman las diferentes respuestas de cada material, al presentar una diferente morfología y topografía. Todo esto nos hace suponer que la rugosimetría de contacto presenta limitaciones al medir el perfil de rugosidad dado por el Ti-6Al-4V, y es necesario la utilización de un microscopio confocal laser.

#### 4.4 COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE LOS MATERIALES

##### *Ensayo de tracción*

A partir del ensayo de tracción se determinaron las propiedades mecánicas básicas incluyendo la resistencia a la tracción, la resistencia a la fluencia y el porcentaje de alargamiento de los materiales en estado de suministro y con las modificaciones superficiales de ataque ácido, ataque ácido y posterior anodizado. Se realizaron 3 ensayos por cada material y condición. Los valores promedio obtenidos para cada una de las condiciones analizadas se muestran en la tabla 4.16. El módulo de Young no pudo obtenerse ya que durante el ensayo no se usó extensómetro.

*Tabla 4.16. Valores de propiedades mecánicas de los materiales con los tratamientos superficiales.*

<b>MATERIAL</b>	<b>Resistencia última a la tracción (MPa)</b>	<b>Resistencia a la fluencia (MPa)</b>	<b>% de Alargamiento</b>
Ti c.p. sin tratamiento	478,8±0,52	413,6±0,55	31,6±0,34
Ti c.p. + HF	373,6±0,28	311,7±0,71	30,3±0,88
Ti c.p. + HF + anod 4V	442,8±0,68	384,6±1,12	31,7±0,91
Ti c.p. + HF + anod 18V	433,8±1,15	376,3±1,20	28,4±0,98
Ti-6Al-4V sin tratamiento	929,7±1,24	897,9±0,81	10,4±0,71
Ti-6Al-4V + HF	723,3±3,04	872,4±0,97	9,3±0,97
Ti-6Al-4V + HF + anod 4V	911,5±0,75	891,2±0,82	10,1±0,44

La resistencia última de Ti c.p. grado 2 y Ti-6Al-4V reportados en la literatura son de aproximadamente 430 MPa y 950 MPa, respectivamente; mientras que la elongación es de 28% y 14% para estos dos materiales. Los resultados obtenidos en este trabajo para los dos materiales están muy cercanos a los valores típicos reportados en trabajos previos [18].

Se observa que el ataque ácido reduce la resistencia última a la tracción de un 20 a un 22% aproximadamente en los materiales estudiados, mientras que la posterior aplicación del anodizado aumenta la resistencia hasta niveles cercanos a los del material sin tratamiento. La reducción en la resistencia última a la tracción ocasionada por el ataque ácido puede explicarse por el aumento del perfil de rugosidad, lo que conduce a la presencia de microentallas o microconcentradores de esfuerzo en la superficie del material, y a una mayor energía superficial [43], confirmando lo observado en trabajos anteriores, [22], [44]. Por otra parte, el tratamiento electroquímico de anodizado, genera endurecimiento superficial [3] y la presencia de esfuerzos residuales de compresión [45]. Como resultado de este proceso, la caída en la resistencia última de los materiales tratados con anodizado se reduce a menos de un 10%. Los resultados de resistencia a la fluencia exhiben una tendencia similar a la descrita anteriormente para la resistencia última.

En relación a la ductilidad (porcentaje de alargamiento) notamos que no sufre variación ni por la aplicación del ataque ácido ni por el posterior anodizado, confirmando así que la influencia de estos dos procesos es enteramente superficial.

### *Límite a fatiga*

Los datos obtenidos al realizar los ensayos de fatiga axial, se registraron en las tablas 4.18, 4.20, 4.22, 4.24. En estas tablas se muestra; el ancho, el espesor, el área transversal de cada probeta, la carga máxima y mínima a la que fue sometida durante el ensayo, el esfuerzo máximo para cada nivel de carga y el número de ciclos hasta la rotura de cada probeta.

Las figuras 4.29, 4.31, 4.32, 4.33, 4.35, 4.37, 4.38 muestran la secuencia de ensayos para el cálculo del límite a fatiga para cada uno de los materiales y condiciones estudiadas, siguiendo el método estadístico *staircase*. Las tablas 4.19, 4.21, 4.23, 4.25, 4.27, 4.29, 4.31 muestran el resumen del número de probetas falladas o sobrevivientes a cada nivel de esfuerzo, dependiendo si el evento más frecuente fueron los fallos o los sobrevivientes, de la misma manera en estas tablas se muestra el cálculo de los parámetros A, B, N utilizados en el cálculo del límite a fatiga y la desviación estándar.

*Tabla 4.17. Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p en estado de suministro.*

<b>Ti c.p. SIN PROCESAR</b>							
<b>Probeta</b>	<b>Ancho (mm)</b>	<b>Espesor (mm)</b>	<b>Área (mm<sup>2</sup>)</b>	<b>Carga Máxima (kN)</b>	<b>Carga Mínima (kN)</b>	<b>Esfuerzo Máximo (MPa)</b>	<b>Numero de Ciclos</b>
<b>1</b>	6,09	2,90	17,69	4,70	0,47	<b>266</b>	371160
<b>2</b>	6,13	2,92	17,92	4,58	0,45	<b>256</b>	583632
<b>3</b>	6,13	2,97	18,25	4,50	0,45	<b>246</b>	653212
<b>4</b>	6,09	2,91	17,76	4,19	0,41	<b>236</b>	V.I
<b>5</b>	6,13	2,91	17,88	4,40	0,44	<b>246</b>	604678
<b>6</b>	6,13	2,96	18,19	4,29	0,42	<b>236</b>	V.I
<b>7</b>	6,11	2,95	18,08	4,45	0,44	<b>246</b>	598965
<b>8</b>	5,76	2,68	15,48	3,65	0,36	<b>236</b>	V.I
<b>9</b>	6,11	2,97	18,19	4,48	0,44	<b>246</b>	V.I
<b>10</b>	6,10	2,93	17,89	4,58	0,45	<b>256</b>	504633
<b>11</b>	6,17	2,95	18,24	4,49	0,44	<b>246</b>	676321
<b>12</b>	6,00	3,00	18,03	4,25	0,42	<b>236</b>	876231
<b>13</b>	5,96	2,99	17,86	4,40	0,44	<b>246</b>	V.I
<b>14</b>	6,10	3,10	18,95	4,85	0,48	<b>256</b>	V.I
<b>15</b>	6,12	3,00	18,38	4,53	0,45	<b>246</b>	589874

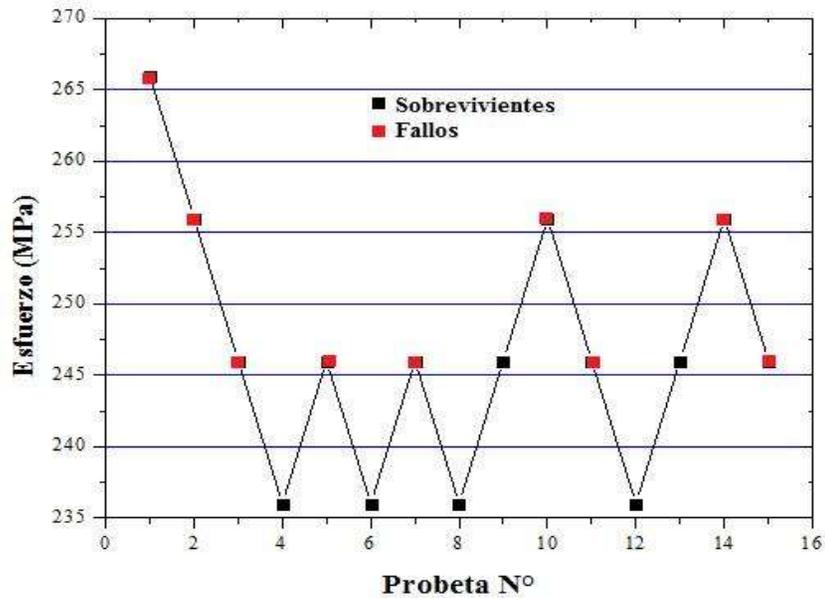


Fig. 4.27 Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. en estado de suministro.

Tabla 4.18. Cantidad de probetas sobrevivientes obtenidas para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. en estado de suministro.

ESFUERZO	Nivel de esfuerzo $i$	Número de Sobrevivientes $n_i$	$i \cdot n_i$	$i^2 \cdot n_i$
226	0	1	0	0
236	1	4	4	4
246	2	1	2	4
		N=6	A=6	B=8

**LIMITE A FATIGA**  

$$S_e = S_0 + \Delta S \left( \frac{A}{N} + \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 226 + 10 \left( \frac{6}{6} + \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 241 \text{ MPa}$$

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR**  

$$\sigma = 1,62 \cdot \Delta S \left( \frac{NB - A^2}{N^2} \right)$$

$$\sigma = 1,62 \cdot 10 \left( \frac{6 \cdot 8 - 6^2}{6^2} \right)$$

$$\sigma = 5,4$$



*Fig. 4.28 Fractura de una probeta de Ti c.p. en estado de suministro.*

*Tabla 4.19. Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p con HF.*

Ti c.p. con HF							
Probeta	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga Máxima (kN)	Carga Mínima (kN)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Numero de Ciclos
<b>1</b>	6,05	2,84	17,19	4,1	0,41	<b>236</b>	328212
<b>2</b>	6,05	2,84	17,19	4,0	0,40	<b>231</b>	392429
<b>3</b>	6,00	2,83	16,99	3,8	0,38	<b>226</b>	407848
<b>4</b>	5,99	2,82	16,94	3,7	0,37	<b>221</b>	489625
<b>5</b>	6,02	2,83	17,05	3,7	0,37	<b>216</b>	512426
<b>6</b>	6,01	2,84	17,11	3,6	0,36	<b>211</b>	691982
<b>7</b>	6,09	2,89	17,65	3,6	0,36	<b>206</b>	V.I
<b>8</b>	6,09	2,91	17,74	3,7	0,37	<b>211</b>	V.I
<b>9</b>	6,09	2,89	17,62	3,8	0,38	<b>216</b>	520422
<b>10</b>	6,09	2,88	17,56	3,7	0,37	<b>211</b>	635800
<b>11</b>	6,10	3,00	18,33	3,8	0,38	<b>206</b>	V.I
<b>12</b>	6,07	2,99	18,19	3,8	0,38	<b>211</b>	702097
<b>13</b>	6,05	2,87	17,42	3,6	0,36	<b>206</b>	V.I
<b>14</b>	6,04	2,98	18,04	3,8	0,38	<b>211</b>	V.I
<b>15</b>	6,08	2,99	18,24	3,9	0,39	<b>216</b>	V.I

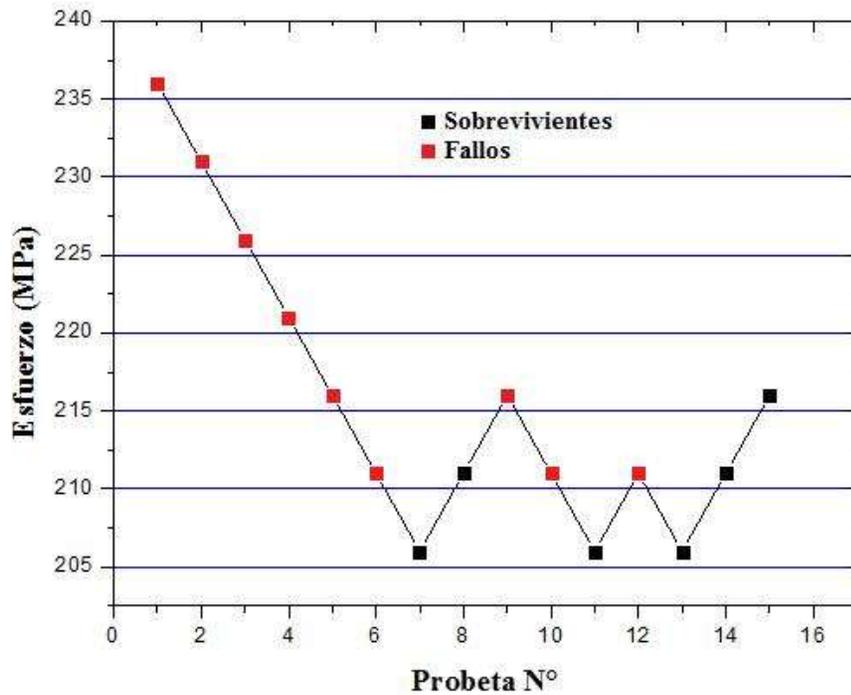


Fig. 4.29 Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF

Tabla 4.20. Cantidad de probetas sobrevivientes obtenidas para determinar el límite a fatiga del Ti c.p.+ HF.

ESFUERZO	Nivel de esfuerzo $i$	Número de Sobrevivientes $n_i$	$i^* n_i$	$i^{2*} n_i$
206	0	3	0	0
211	1	2	2	2
216	2	1	2	4
		N=6	A=4	B=5

**LIMITE A FATIGA**

$$S_e = S_0 + \Delta S \left( \frac{A}{N} + \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 206 + 5 \left( \frac{4}{6} + \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 211,83 \text{ MPa}$$

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR**

$$\sigma = 1,62 \cdot \Delta S \left( \frac{NB - A^2}{N^2} \right)$$

$$\sigma = 1,62 \cdot 5 \left( \frac{6 \cdot 5 - 4^2}{6^2} \right)$$

$$\sigma = 3,15$$

Tabla 4.21. Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF y anodizado a 4V.

Ti c.p. HF+ ANODIZADO A 4V							
Probeta	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga Máxima (kN)	Carga Mínima (kN)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Numero de Ciclos
1	6,22	3,02	18,79	5,2	0,5	275	334506
2	6,22	3,02	18,78	5,0	0,5	266	507067
3	6,23	3,04	18,93	4,9	0,5	257	876503
4	5,92	2,58	15,27	3,8	0,4	248	V.I
5	5,88	2,56	15,05	3,9	0,4	257	V.I
6	5,94	2,73	16,21	4,3	0,4	266	625700
7	6,18	2,95	18,24	4,7	0,5	257	V.I
8	6,22	3,06	19,06	5,1	0,5	266	V.I
9	6,21	3,06	19,00	5,2	0,5	275	354788
10	5,62	2,41	13,55	3,6	0,4	266	599801
11	6,16	2,83	17,44	4,5	0,4	257	V.I
12	6,24	3,03	18,96	5,0	0,5	266	602003
13	6,09	2,90	17,69	4,5	0,5	257	898760
14	6,01	2,94	17,69	4,4	0,4	248	V.I
15	6,12	3,05	18,72	4,8	0,5	257	V.I

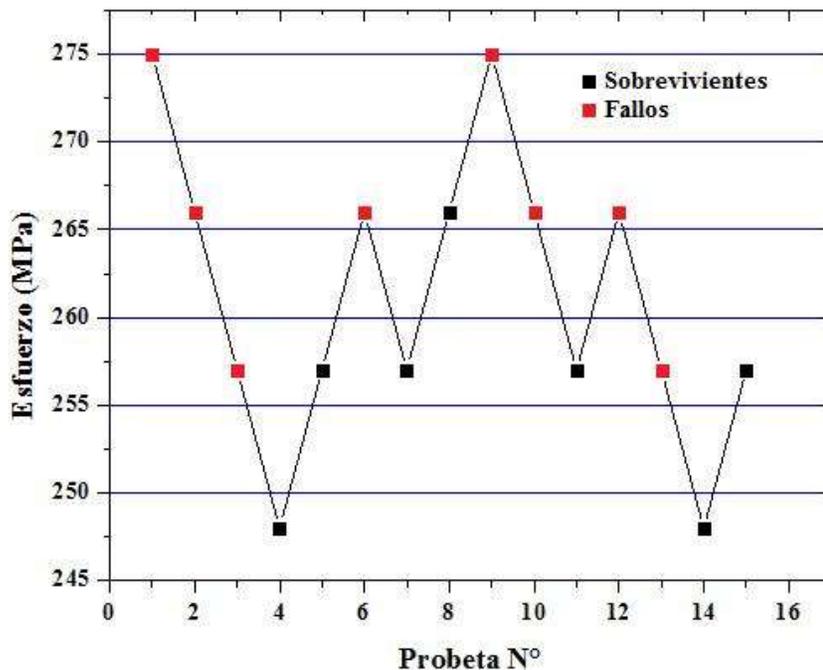


Fig. 4.30 Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF y anodizado a 4V.

**Tabla 4.22.** Cantidad de probetas sobrevivientes para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF y anodizado a 4V.

ESFUERZO	Nivel de esfuerzo $i$	Número de Sobrevivientes $n_i$	$i^* n_i$	$i^{2*} n_i$
248	0	2	0	0
257	1	4	4	4
266	2	1	2	4
275	3	0	0	0
		N=7	A=6	B=8

**LIMITE A FATIGA**

$$S_e = S_0 + \Delta S \left( \frac{A}{N} + \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 248 + 9 \left( \frac{6}{7} + \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 260,21 \text{MPa}$$

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR**

$$\sigma = 1,62 \cdot \Delta S \left( \frac{NB - A^2}{N^2} \right)$$

$$\sigma = 1,62 \cdot 9 \left( \frac{7 \cdot 8 - 6^2}{7^2} \right)$$

$$\sigma = 5,95$$

**Tabla 4.23.** Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF y anodizado a 18V.

Ti c.p. Anodizado a 18V							
Probeta	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga Máxima (kN)	Carga Mínima (kN)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Numero de Ciclos
1	6,05	2,84	17,19	4,02	0,40	234	V.I
2	6,05	2,84	17,19	4,17	0,41	243	V.I
3	6,00	2,83	16,99	4,27	0,42	252	V.I
4	5,99	2,82	16,94	4,42	0,44	261	V.I
5	6,02	2,83	17,05	4,60	0,46	270	534654
6	6,01	2,84	17,11	4,46	0,44	261	685226
7	6,09	2,89	17,65	4,44	0,44	252	V.I
8	6,09	2,91	17,74	4,63	0,46	261	897860
9	6,09	2,89	17,62	4,43	0,44	252	V.I
10	6,09	2,88	17,56	4,58	0,45	261	V.I
11	6,10	3,00	18,33	4,94	0,49	270	478990
12	6,07	2,99	18,19	4,75	0,47	261	612349
13	6,05	2,87	17,42	4,38	0,43	252	V.I
14	6,04	2,98	18,04	4,71	0,47	261	765223
15	6,08	2,99	18,24	4,59	0,45	252	V.I

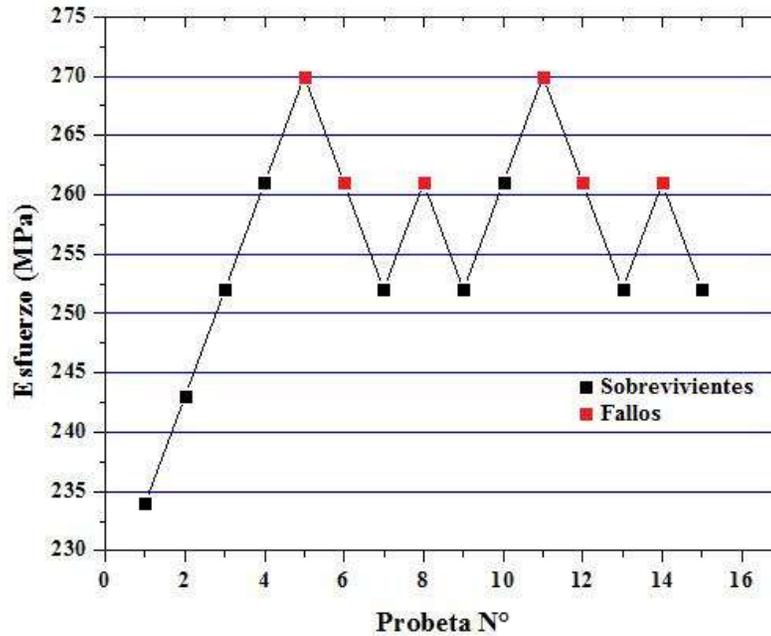


Fig. 4.31 Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF y anodizado a 18V.

Tabla 4.24. Cantidad de probetas falladas para determinar el límite a fatiga del Ti c.p. +HF y anodizado a 18V.

ESFUERZO	Nivel de esfuerzo $i$	Número de fallos $n_i$	$i \cdot n_i$	$i^2 \cdot n_i$
234	-3	0	0	0
243	-2	0	0	0
252	-1	0	0	0
261	0	4	0	0
270	1	2	2	2
		N=6	A=2	B=2

**LIMITE A FATIGA**

$$S_e = S_0 + \Delta S \left( \frac{A}{N} - \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 261 + 9 \left( \frac{9}{6} - \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 270 \text{MPa}$$

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR**

$$\sigma = 1,62 \cdot \Delta S \left( \frac{NB - A^2}{N^2} \right)$$

$$\sigma = 1,62 \cdot 9 \left( \frac{6 \cdot 2 - 2^2}{6^2} \right)$$

$$\sigma = 3,24$$



*Fig. 4.32 Fractura de una probeta de Ti c.p. +HF y anodizada a 18V X 15 min.*

*Tabla 4.25. Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti-6Al-4V en estado de suministro.*

<b>Ti-6Al-4V SIN PROCESAR</b>							
<b>Probeta</b>	<b>Ancho (mm)</b>	<b>Espesor (mm)</b>	<b>Área (mm<sup>2</sup>)</b>	<b>Carga Máxima (kN)</b>	<b>Carga Mínima (kN)</b>	<b>Esfuerzo Máximo (MPa)</b>	<b>Numero de Ciclos</b>
<b>1</b>	6,38	3,16	20,19	9,8	0,98	<b>483</b>	202610
<b>2</b>	6,36	3,18	20,26	9,4	0,94	<b>465</b>	604009
<b>3</b>	6,38	3,18	20,30	9,1	0,91	<b>447</b>	V.I
<b>4</b>	6,36	3,15	20,08	9,3	0,93	<b>465</b>	V.I
<b>5</b>	6,40	3,07	19,70	9,5	0,95	<b>483</b>	198413
<b>6</b>	6,00	2,99	17,98	8,4	0,84	<b>465</b>	512001
<b>7</b>	6,20	3,10	19,24	8,6	0,86	<b>447</b>	810408
<b>8</b>	6,04	3,00	18,14	7,8	0,78	<b>429</b>	V.I
<b>9</b>	6,12	3,20	19,59	8,8	0,88	<b>447</b>	V.I
<b>10</b>	6,23	3,10	19,32	9,0	0,90	<b>465</b>	554004
<b>11</b>	6,30	3,15	19,84	8,9	0,89	<b>447</b>	728901
<b>12</b>	6,20	3,10	19,24	8,9	0,89	<b>465</b>	572600
<b>13</b>	6,30	3,09	19,51	9,4	0,94	<b>483</b>	182617
<b>14</b>	6,38	3,00	19,15	8,9	0,89	<b>465</b>	500002
<b>15</b>	6,20	3,12	19,38	8,7	0,87	<b>447</b>	803001

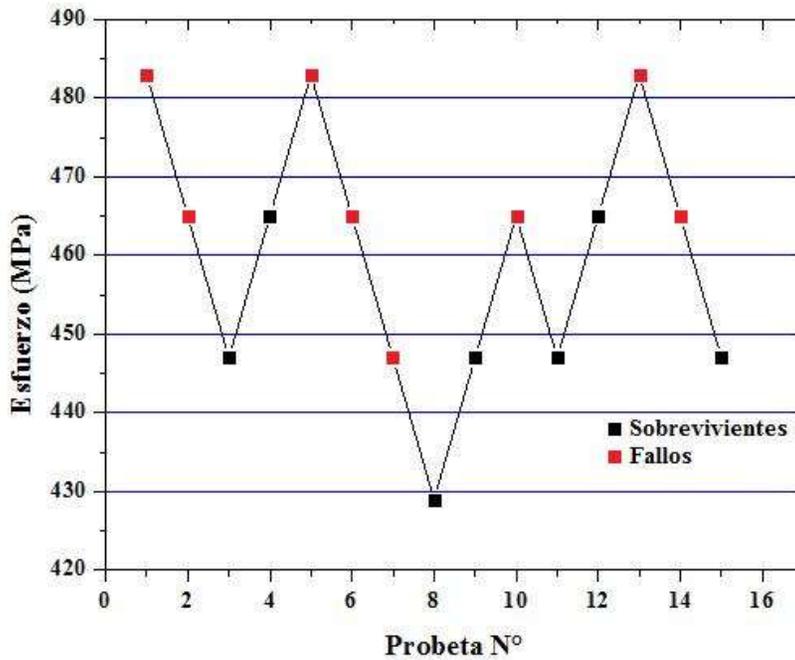


Fig. 4.33 Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti-6Al-4V en estado de suministro

Tabla 4.26. Cantidad de probetas sobrevivientes obtenidas para determinar el límite a fatiga del Ti-6Al-4V en estado de suministro.

ESFUERZO	Nivel de esfuerzo $i$	Número de Sobrevivientes $n_i$	$i \cdot n_i$	$i^2 \cdot n_i$
429	0	1	0	0
447	1	4	4	4
465	2	2	4	8
483	3	0	0	0
		N=7	A=8	B=12

**LIMITE A FATIGA**

$$S_e = S_0 + \Delta S \left( \frac{A}{N} + \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 429 + 18 \left( \frac{8}{7} + \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 458,57 \text{ MPa}$$

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR**

$$\sigma = 1,62 \cdot \Delta S \left( \frac{NB - A^2}{N^2} \right)$$

$$\sigma = 1,62 \cdot 18 \left( \frac{7 \cdot 12 - 8^2}{7^2} \right)$$

$$\sigma = 11,90$$



*Fig. 4.34 Fractura de una probeta de Ti-6Al-4V en estado de suministro.*

*Tabla 4.27. Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti-6Al-4V + HF.*

<b>Ti-6Al-4V +HF</b>							
<b>Probeta</b>	<b>Ancho (mm)</b>	<b>Espesor (mm)</b>	<b>Área (mm<sup>2</sup>)</b>	<b>Carga Máxima (kN)</b>	<b>Carga Mínima (kN)</b>	<b>Esfuerzo Máximo (MPa)</b>	<b>Numero de Ciclos</b>
<b>1</b>	6,02	2,78	16,75	6,5	0,65	<b>390</b>	294312
<b>2</b>	6,11	2,77	16,96	6,4	0,64	<b>376</b>	612408
<b>3</b>	6,13	2,81	17,23	6,2	0,62	<b>362</b>	V.I
<b>4</b>	6,09	2,75	16,77	6,3	0,63	<b>376</b>	592606
<b>5</b>	5,92	2,98	17,65	6,4	0,64	<b>362</b>	V.I
<b>6</b>	6,00	3,07	18,43	6,9	0,69	<b>376</b>	V.I
<b>7</b>	5,87	2,97	17,47	6,8	0,68	<b>390</b>	200015
<b>8</b>	5,96	2,75	16,44	6,2	0,62	<b>376</b>	V.I
<b>9</b>	5,85	2,87	16,80	6,6	0,66	<b>390</b>	194012
<b>10</b>	5,92	3,00	17,77	6,7	0,67	<b>376</b>	627003
<b>11</b>	5,96	2,90	17,31	6,3	0,63	<b>362</b>	V.I
<b>12</b>	5,87	2,98	17,49	6,6	0,66	<b>376</b>	V.I
<b>13</b>	5,94	2,87	17,04	6,7	0,67	<b>390</b>	200118
<b>14</b>	5,98	2,89	17,30	6,5	0,65	<b>376</b>	812427
<b>15</b>	6,02	3,00	18,06	6,5	0,653	<b>362</b>	V.I

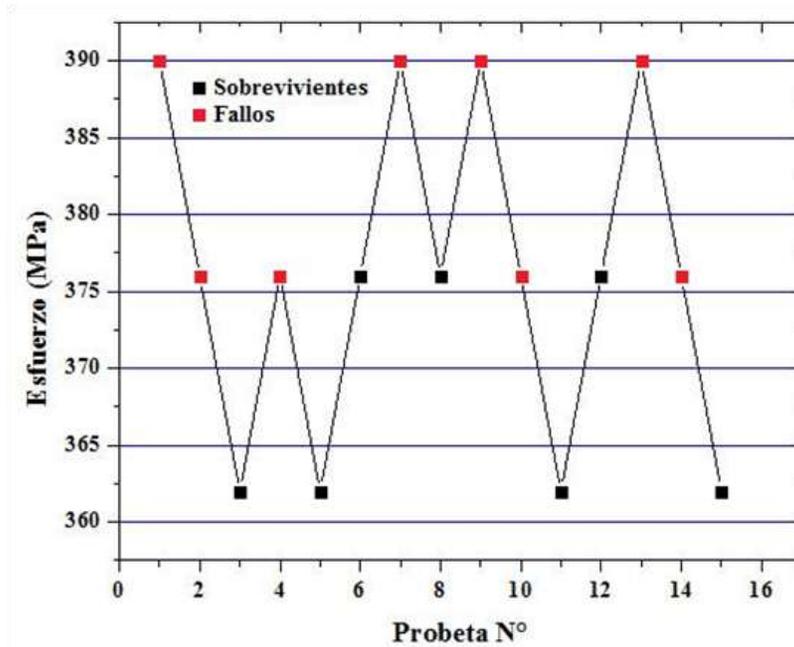


Fig. 4.35 Representación grafica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti-6Al-4V + HF.

Tabla 4.28. Cantidad de probetas sobrevivientes para determinar el límite a fatiga del Ti-6Al-4V + HF.

ESFUERZO	Nivel de esfuerzo $i$	Número de Sobrevivientes $n_i$	$i \cdot n_i$	$i^2 \cdot n_i$
362	0	4	0	0
376	1	3	3	3
390	2	0	0	0
		N=7	A=3	B=3

**LIMITE A FATIGA**

$$S_e = S_0 + \Delta S \left( \frac{A}{N} + \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 362 + 14 \left( \frac{3}{7} + \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 375 \text{ MPa}$$

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR**

$$\sigma = 1,62 \cdot \Delta S \left( \frac{NB - A^2}{N^2} \right)$$

$$\sigma = 1,62 \cdot 14 \left( \frac{7 \cdot 3 - 3^2}{7^2} \right)$$

$$\sigma = 5,55$$

Tabla 4.29. Ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti-6Al-4V + HF anodizado a 4V.

Ti-6Al-4V ANODIZADO 4V							
Probeta	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga Máxima (kN)	Carga Mínima (kN)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Numero de Ciclos
1	6,02	2,78	16,75	7,9	0,79	474	V.I
2	6,10	2,87	17,53	8,6	0,86	492	V.I
3	6,03	2,98	17,96	9,2	0,92	510	V.I
4	6,10	2,89	17,62	9,3	0,93	528	V.I
5	5,93	2,90	17,25	9,4	0,94	546	842227
6	5,90	2,98	17,62	9,3	0,93	528	V.I
7	5,98	2,89	17,32	9,5	0,95	546	V.I
8	5,99	2,78	16,68	9,4	0,94	564	527618
9	5,78	2,87	16,58	9,1	0,91	546	V.I
10	5,90	2,98	17,60	9,9	0,99	564	V.I
11	5,80	2,90	16,83	9,8	0,98	582	301432
12	5,86	2,98	17,46	9,9	0,99	564	456827
13	5,94	2,98	17,70	9,7	0,97	546	V.I
14	5,98	2,89	17,32	9,8	0,98	564	V.I
15	5,88	2,99	17,62	10,3	1,03	582	293615

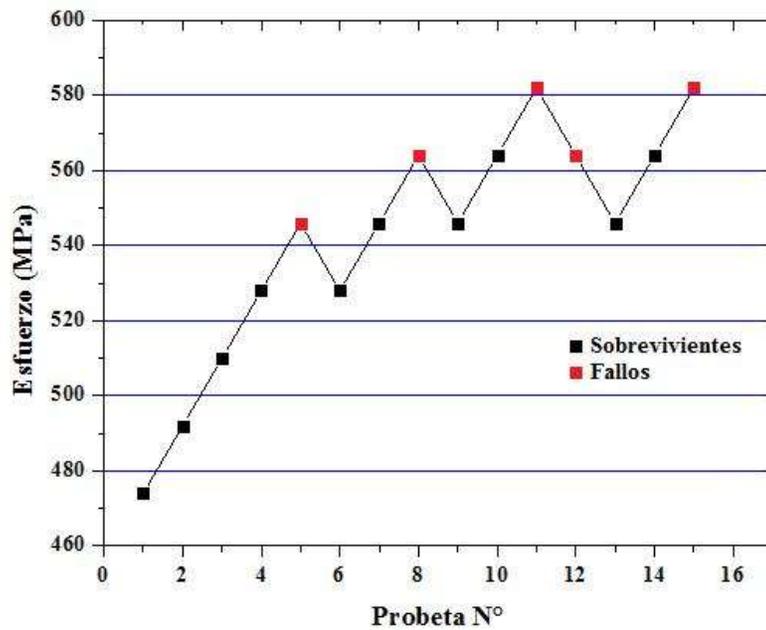


Fig. 4.36 Representación gráfica de la secuencia de ensayos realizados para determinar el límite a fatiga del Ti-6Al-4V + HF anodizado a 4V.

**Tabla 4.30.** Cantidad de probetas falladas obtenidas para determinar el límite a fatiga del Ti-6Al-4V + HF anodizado a 4V

ESFUERZO	Nivel de esfuerzo $i$	Número de fallos $n_i$	$i \cdot n_i$	$i^2 \cdot n_i$
546	0	1	0	0
564	1	2	2	2
582	2	2	4	8
		N=5	A=6	B=10

**LÍMITE A FATIGA**

$$S_e = S_0 + \Delta S \left( \frac{A}{N} - \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 546 + 18 \left( \frac{6}{5} - \frac{1}{2} \right)$$

$$S_e = 558,6 \text{ MPa}$$

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR**

$$\sigma = 1,62 \cdot \Delta S \left( \frac{NB - A^2}{N^2} \right)$$

$$\sigma = 1,62 \cdot 18 \left( \frac{5 \cdot 10 - 6^2}{5^2} \right)$$

$$\sigma = 16,3296$$

Los valores obtenidos del límite a fatiga para los materiales en estado de suministro (sin tratamiento) y con las modificaciones superficiales realizadas en este trabajo se muestran en la tabla 4.31.

**Tabla 4.31.** Valores obtenidos del límite de resistencia a la fatiga para los materiales estudiados.

Material	Límite a Fatiga ( $10^6$ Ciclos) $S_e \pm \sigma$ (MPa)
Ti c.p. sin tratamiento	241 $\pm$ 5,40
Ti c.p. + HF	212 $\pm$ 3,15
Ti c.p. + HF + anod 4V	260 $\pm$ 5,95
Ti c.p. + HF + anod 18V	270 $\pm$ 3,24
Ti-6Al-4V sin tratamiento	459 $\pm$ 11,9
Ti-6Al-4V + HF	375 $\pm$ 5,55
Ti-6Al-4V + HF + anod 4V	559 $\pm$ 16,3

Los resultados muestran que mientras el tratamiento con ataque ácido disminuye el límite a fatiga en un 12% para el Ti c.p. y en un 18% para la aleación Ti-6Al-4V. La posterior aplicación del anodizado produce un aumento en la respuesta mecánica bajo cargas cíclicas respecto a la condición sin tratamiento de ambos materiales.

La reducción en el límite a fatiga generada por el tratamiento de ataque ácido obedece fundamentalmente al incremento en la rugosidad superficial, que conduce a una mayor

concentración de esfuerzos en la superficie del material, y por tanto a una menor resistencia bajo cargas cíclicas, lo cual también ha sido reportado en trabajos previos[46].

Calculando la relación que existe entre el límite a fatiga de la probeta con tratamiento HF y el límite a fatiga de la probeta sin tratamiento y teniendo en cuenta que todas las variables restantes permanecen invariantes, podríamos tener una estimación de la influencia de la rugosidad a través de un factor de superficie. Para el caso del Ti c.p. esta relación resulta aproximadamente en 0,88 mientras que para la aleación Ti-6Al-4V es de 0,81.

La figura 4.37 muestra la variación del factor de superficie con la rugosidad superficial en función de la resistencia última del material. Teniendo en cuenta que la resistencia última del Ti c.p. es de 479 MPa (70 ksi) y la rugosidad superficial de 2,60  $\mu\text{m}$  (102  $\mu\text{in}$ ), el factor de superficie obtenido de la figura sería aproximadamente de 0,95. Por otra parte; la aleación Ti-6Al-4V con resistencia última de 930 MPa (135 ksi) y rugosidad de 1,96  $\mu\text{m}$  (77  $\mu\text{in}$ ), el factor de superficie sería de 0,86.

Para los dos casos el factor de superficie obtenido experimentalmente está ligeramente por debajo del proporcionado por los datos de la gráfica anterior. Esta diferencia se debe a que el factor de superficie de la tabla ha sido calculado comparando con una superficie base con acabado a espejo (cero rugosidad) y por tanto la caída en resistencia es mayor que si el cálculo se hace basado en una superficie base con un nivel de rugosidad. En este trabajo ambos materiales presentan una rugosidad inicial aproximada de 0,6  $\mu\text{m}$ , lo cual explica la pequeña diferencia entre los factores de superficie.

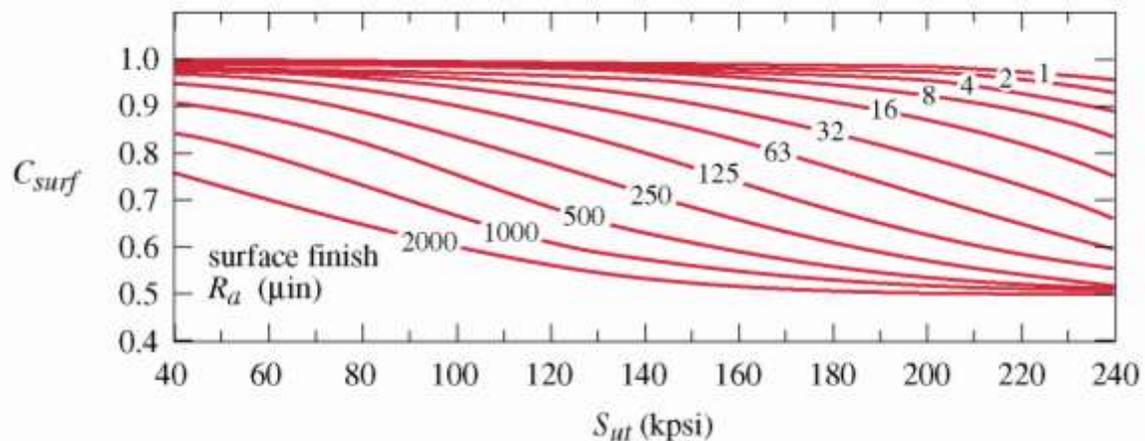


Fig. 4.37 Factor de superficie en función de la rugosidad y la resistencia última [47].

Bajo este contexto es posible apreciar que los resultados obtenidos en el límite a fatiga de los materiales sometidos a ataque ácido son muy consistentes con lo esperado debido a la topografía superficial generada por este tratamiento, y por tanto permite afirmar que la disminución en la resistencia está explicada por el incremento en rugosidad superficial.

Respecto a la influencia del tratamiento de anodizado podemos observar que las probetas de Ti c.p. atacadas con HF y posteriormente anodizadas a 4 y 18V presentan valores de límite a fatiga superiores al valor obtenido en el material en estado de suministro. El anodizado a 4V produce una resistencia a fatiga de 260 MPa mientras que el anodizado a 18 V incrementa el límite a fatiga hasta 270 MPa, siendo estos dos valores un 8% y 12%, respectivamente, superior al resultado del material en estado de suministro.

En el caso de la aleación Ti-6Al-4V se reproduce este mismo resultado, es decir se incrementa el límite a fatiga del material respecto a la condición de suministro. Para la aleación el límite a fatiga pasa de 459 MPa a 559 MPa, representando aproximadamente un 22% de incremento.

De acuerdo con los resultados reportados en la sección anterior, la rugosidad superficial se incrementa significativamente en el tratamiento de ataque ácido con respecto al material en condición de suministro (se pasa de 0,7 a 2,6 $\mu$ m en el Ti c.p. y de 0,6 a 1,9 $\mu$ m en el Ti-6Al-4V), en el caso del anodizado la rugosidad se reduce ligeramente hasta 2,5 $\mu$ m en el Ti c.p. y 1,2 $\mu$ m en el Ti-6Al-4V. Esta pequeña disminución se debe al redondeo de los picos que produce el anodizado sobre la rugosidad base que desarrolla el ataque ácido. A pesar de esta disminución, la rugosidad final continúa siendo superior a la del material en estado de suministro y por tanto sería de esperar que la resistencia a fatiga del material anodizado evidenciara un descenso respecto a la condición base, tal como se reportó en los resultados producidos por el tratamiento de ataque ácido.

Aunque estos resultados de límite a fatiga podrían parecer una contradicción en el comportamiento de los materiales sometidos a cargas cíclicas, en este estudio debe considerarse una variable adicional al acabado superficial y se trata de los esfuerzos residuales generados en el proceso de anodizado y el endurecimiento de la superficie.

Durante el proceso de anodizado la superficie del material sufre una transformación para conformar una capa de óxido, la cual crece en función de la estructura del material y de las variables electroquímicas del proceso. En cualquier caso, la evolución del oxígeno dentro de la capa anódica [45] y la subsecuente diferencia entre los volúmenes molares de la capa de óxido y el sustrato [3] producen esfuerzos residuales de compresión en la capa superficial. Bajo la presencia de estos esfuerzos residuales, los esfuerzos efectivos para la propagación de grietas por fatiga resultan minimizados y por tanto el material exhibe una mejor respuesta a cargas cíclicas.

Por otra parte las capas de óxido de titanio anódico tienen pequeñas diferencias de volumen molar con respecto al sustrato, lo que hace que estas capas sean más tenaces y no se fracturen con facilidad, evitando la nucleación y propagación de grietas y mostrando un incremento importante en la vida a fatiga de los materiales modificados con el tratamiento electroquímico de anodizado [3].

En este contexto la aparición de esfuerzos residuales enmascara el efecto de la rugosidad superficial, dominando la respuesta mecánica de material, hecho que ha sido reportado por otros autores [48], [49].

Para comprobar la existencia de esfuerzos residuales en la capa superficial se procedió a realizar ensayos de nanoindentación a través de un barrido desde la superficie de la probeta hacia el centro de la misma. Esta metodología ha sido utilizada por numerosos autores para determinar la presencia de esfuerzos residuales [50], [51], [52]. En términos generales se espera que la curva de desplazamiento del indentador generada en una superficie con esfuerzos residuales de compresión presente una pendiente mayor reflejando una mayor dureza en el material, y además se exhiba una mayor recuperación elástica como se observa en la figura 4.38 [53]. En otras palabras, bajo la presencia de esfuerzos residuales de compresión la carga de indentación es mayor para una profundidad de penetración fija.

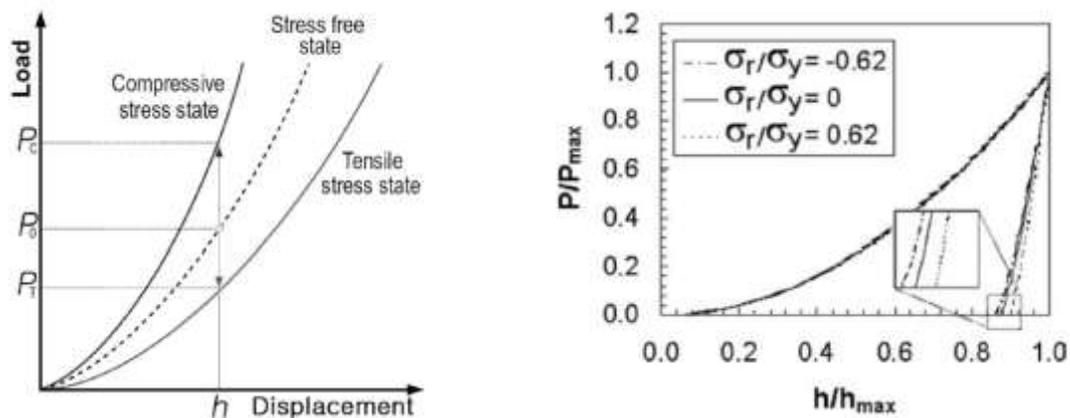


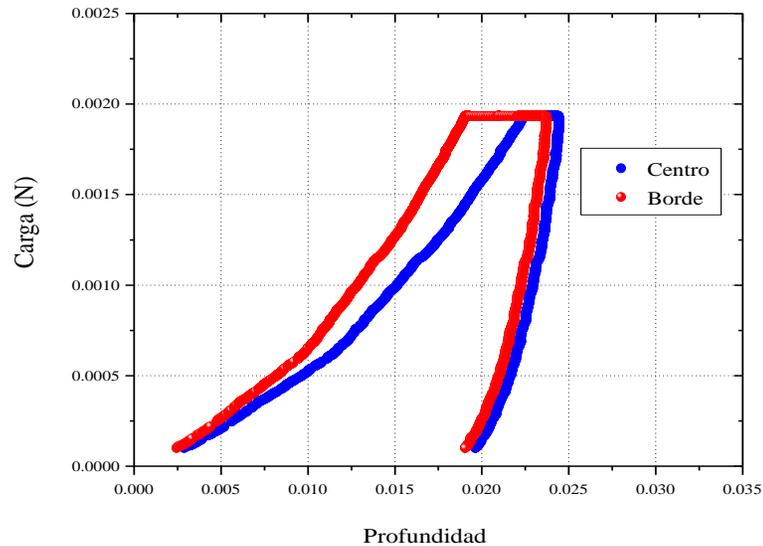
Fig. 4.38 Curva de nanoindentación para superficies libres de esfuerzos residuales, y con esfuerzos de compresión y de tensión.

Las pruebas se realizaron en un Microscopio de Fuerza Atómica-AFM con modo de indentación con una punta Berkovich de Zirconia (Diamond Synthetic) con módulo elástico de 865 GPa y una constante de resorte de 3845.94N/m (figura 4.39). La carga que se aplicó varió desde 1,875mN hasta un máximo de 30mN en intervalos de carga de 1,875mN para un total de 16 curvas distribuidas en un área de 30  $\mu\text{m}$ . La carga se mantuvo durante 10 segundos.



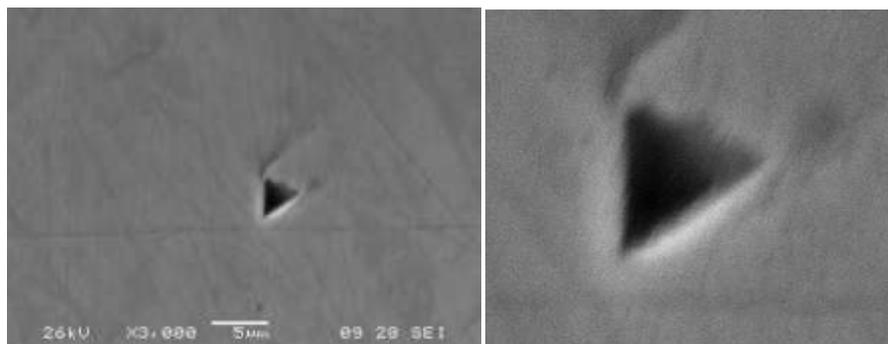
Fig. 4.39 Microscopio de Fuerza atómica con modo de indentación.

La figura 4.40 muestra curvas típicas de carga-penetración obtenidas en el borde y el núcleo de probetas de Ti c.p. Es posible observar que la curva obtenida en la superficie presenta una mayor pendiente en el tramo de carga, mostrando la presencia de esfuerzos residuales de compresión en esta zona de la probeta con respecto al comportamiento encontrado en áreas cercanas al centro de la probeta. Estos resultados explican el aumento en la resistencia a la fatiga de los materiales estudiados en este trabajo bajo el efecto del anodizado.

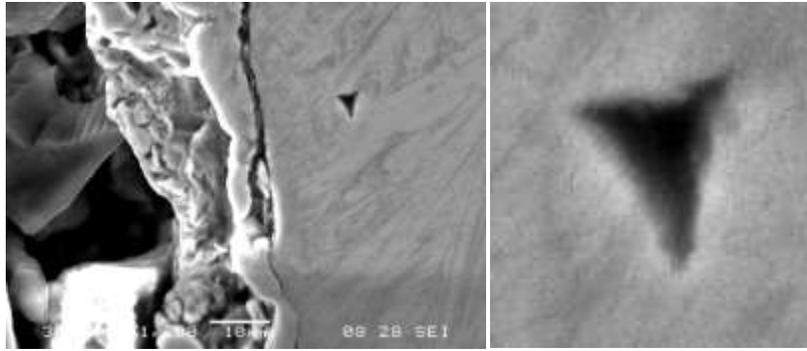


**Fig. 4.40** Resultados de ensayos de nanoindentación en Ti cp. realizados en el borde (superficie) y núcleo (centro) de la probeta.

Las figuras 4.41 y 4.42 muestran las micrografías de las huellas dejadas por el nanoindentador en el centro y en el borde de la muestra. La figura 4.41 muestra la huella dejada en el centro, en esta es posible observar que la huella es de tipo triangular, mostrando bordes rectos. La figura 4.42 muestra la huella dejada en el borde, los bordes de la huella son curvos, generados por la presencia de esfuerzos residuales de compresión (que a su vez muestran una mayor recuperación elástica).



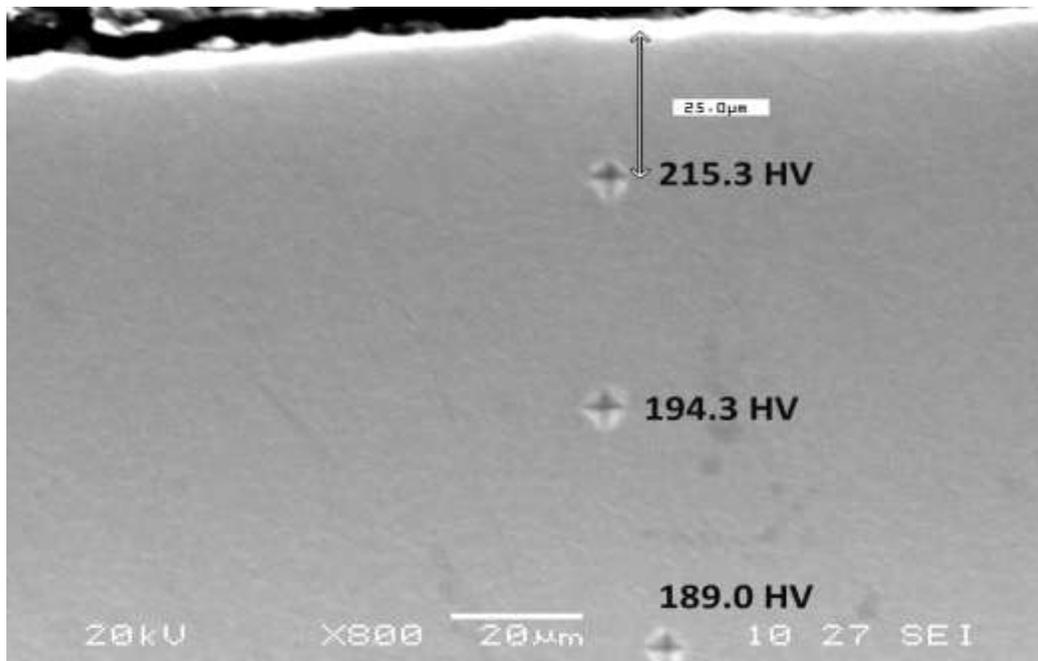
**Fig. 4.41** Huella dejada por el nanoindentador en el centro de la muestra de Ti c.p.



*Fig. 4.42 Huella dejada por el nanoindentador en el borde de la muestra de Ti c.p.*

Como se mencionó anteriormente la cuantificación de la magnitud de estos esfuerzos residuales de compresión se sale del alcance del presente trabajo, sin embargo continuando con el hecho de sustentar nuestra hipótesis de que la aplicación del tratamiento superficial de anodizado genera esfuerzos residuales de compresión y endurecimiento superficial que influyen en la mejora del comportamiento a fatiga de los materiales estudiados.

La figura 4.43 corresponde a una micrografía que muestra 3 indentaciones realizadas con una carga de 10 gramos. Los resultados muestran que la dureza disminuye a medida que se aleja del borde y se acerca al centro de la muestra. A una distancia de 25 micras del borde se obtienen durezas de 215 HV, al movernos hacia el centro de la probeta la dureza decae hasta 189 HV, representando una caída del 12%.



*Fig. 4.43 Huellas mediciones de microdureza sobre la superficie de la muestra para el Ti c.p..*

Para finalizar resulta de interés correlacionar los resultados obtenidos a fatiga con los resultados de los ensayos a cargas monotónicas. En este orden de ideas es útil evaluar la relación entre el límite a fatiga y la resistencia última. La tabla 4.32 resume los resultados obtenidos en la relación ( $S_e/S_{UT}$ ) para los materiales estudiados. Los datos indican que tanto para el Ti c.p. como para la aleación Ti-6Al-4V en estado de suministro el límite a fatiga es aproximadamente del 50% del nivel de resistencia máxima. Este resultado podría ser muy valioso al momento de diseñar implantes dentales con aleaciones de Titanio, dado que con sólo un ensayo de tracción sería confiable estimar su resistencia a fatiga y por consiguiente ahorrar una buena cantidad de trabajo, tiempo y recursos en la determinación del límite a fatiga.

La aplicación del tratamiento de HF en el Ti-6Al-4V no genera una variación significativa en la relación ( $S_e/S_{UT}$ ), en el caso del Ti c.p. la relación aumenta hasta 0.57. El posterior tratamiento de anodizado incrementa el límite a fatiga para los dos materiales hasta un nivel aproximado del 60% de su resistencia última, lo cual representa una ganancia del 10% en respuesta a fatiga como resultado del anodizado. Este incremento se explica como antes fue mencionado por la presencia de esfuerzos residuales de compresión, que produce el fenómeno de cierre de fisura y por tanto reduce la propagación de las grietas en el material, aumentando así su vida útil. A pesar del incremento en la rugosidad, el efecto de los esfuerzos residuales termina dominando el comportamiento a fatiga del material.

**Tabla 4.32.** Valores obtenidos del límite de resistencia a la fatiga, resistencia última a la tracción, relación de fatiga y rugosidad superficial para el Ti c.p. y Ti-6Al-4V con las modificaciones superficiales realizadas.

Material	Resistencia última a la Tracción $S_{UT}$ (MPa)	Límite a Fatiga $S_e$ (MPa) $10^6$ Ciclos	Relación de Fatiga ( $S_e/S_{UT}$ )	Rugosidad Superficial Ra ( $\mu\text{m}$ )
Ti c.p. sin tratamiento	479	241	0,50	0,747
Ti c.p. + HF	374	212	0,57	2,603
Ti c.p. + HF + anod 4V	443	260	0,59	2,596
Ti c.p. + HF + anod 18V	434	270	0,62	2,527
Ti-6Al-4V sin tratamiento	930	459	0,50	0,650
Ti-6Al-4V + HF	723	375	0,49	1,963
Ti-6Al-4V + HF + anod 4V	912	559	0,61	1,214

En términos generales el tratamiento de ataque ácido incremental rugosidad superficial y reduce la resistencia monotónica y a fatiga del material debido a la presencia de microconcentradores de esfuerzo en la superficie y la fragilización de esta por fluoruros producto de la reacción del ácido fluorhídrico con el  $TiO_2$ . Por otra parte el tratamiento de anodizado reduce ligeramente la rugosidad superficial, suavizando el perfil de rugosidad generado en el ataque ácido, asimismo introduce esfuerzos residuales de compresión debido a la transformación del Ti en su óxido, provocando una mejora en la respuesta a fatiga del material respecto a su condición de suministro.

## 5. CONCLUSIONES

Se ha estudiado el comportamiento mecánico de dos materiales empleados en implantes dentales (Ti c.p. y Ti-6Al-4V) bajo cargas monotónicas y cíclicas, aplicando diferentes tratamientos superficiales. Como resultado de este trabajo de investigación se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- Resultados iniciales de este trabajo fueron presentados en el VI Congreso internacional de materiales realizado en la universidad de los andes del 27 al 30 de noviembre de 2011.
- El comportamiento mecánico de los materiales es altamente sensible a su condición superficial, aún en condiciones de carga bajo tracción axial en donde todo el material, y no sólo la capa superficial, está sometido a los máximos niveles de esfuerzo.
- Los tratamientos superficiales de ataque ácido y de anodizado producen un aumento en la rugosidad superficial respecto al material en estado de suministro. Este resultado podría representar una mejora en el proceso de osteointegración entre el material y el hueso, reduciendo así el tiempo de recuperación post-cirugía del paciente.
- El tratamiento de ataque ácido reduce la resistencia monotónica en un 20% mientras que la resistencia a fatiga se disminuye en un 12% para el Ti c.p. y 18% para la aleación Ti-6Al-4V, debido a la presencia de microconcentradores de esfuerzo en la superficie y la fragilización de esta por fluoruros producto de la reacción del ácido fluorhídrico con el TiO<sub>2</sub>.
- La posterior aplicación del proceso de anodizado incrementa la resistencia mecánica monotónica, respecto al nivel obtenido con el ataque ácido, en un 18% para el Ti c.p. y en un 26% para Ti-6Al-4V. Este comportamiento se debe en parte a la reducción en el perfil de rugosidad, el redondeo de picos en la topografía superficial y, además, por la introducción de esfuerzos residuales de compresión en la capa superficial del material.
- La resistencia a fatiga se puede incrementar a través de un proceso de ataque ácido y posterior anodizado, alcanzando incrementos de hasta un 12% en el Ti c.p. y de un 22% en el Ti-6Al-4V.
- La variación de tiempo y voltaje en el proceso de anodizado, en el rango estudiado, no representa variaciones significativas en el comportamiento mecánico observado.
- El crecimiento de la capa de óxido de titanio anódico introduce esfuerzos residuales de compresión en la superficie que producen un esfuerzo efectivo menor en las grietas, reduciendo así la fuerza motriz para propagarlas. Por consiguiente se produce un aumento en la resistencia fatiga.
- La presencia de esfuerzos residuales de compresión en la capa superficial ha sido comprobada a través de pruebas de nanoindentación.

## **6. TRABAJOS FUTUROS**

- Realizar cambios a la geometría de las probetas y variar las relaciones de esfuerzos.
- Adoptar algún método experimental para cuantificar los valores de los esfuerzos residuales de compresión en la superficie de los materiales.
- Utilizar un microscopio confocal laser para analizar con más detalle la superficie generada en los materiales por la acción de los tratamientos de modificación superficial.
- Realizar ensayos de fatiga en fluido fisiológico simulado.
- Realizar ensayos de fatiga en probetas mecanizadas que simulan un tipo de implante y conocer el límite a fatiga del material con las diferentes modificaciones superficiales.
- Utilizar otra solución electrolítica en el proceso de anodizado, incrementar voltajes y realizar ensayos de fatiga.

## 7. REFERENCIAS

- [1] M. Karl and R. Kelly, "Influence of loading frequency on implant failure under cyclic fatigue conditions," *Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials*, vol. 25, pp. 1426-1432, 2009.
- [2] K. J. Anusavice, *Phillips ciencia de los materiales dentales*. 11st ed. Elsevier, 2004, pp. 441-486.
- [3] F. J. Gil, "*Aplicaciones biomédicas del titanio y sus aleaciones*," Biomecánica, Universidad politécnica de Cataluña, departamento de ciencia de los materiales e ingeniería metalúrgica, Barcelona, 1993.
- [4] C. Aparicio, "Tratamientos de superficie sobre Ti c.p. para la mejora de la osteointegración de implantes dentales". Tesis doctoral. Universidad politécnica de Cataluña, departamento de ciencia de los materiales e ingeniería metalúrgica, 2006.
- [5] D. F. Williams, "Definitions in biomaterials," *Journal of Polymer Science Part C: Polymer Letters*, vol. 26, no. 9, p. 414, 1988.
- [6] International organization for standardization. "*Biological evaluation of medical devices part 1: evaluation and testing*". International standard ISO 10993:2003.
- [7] J. Black and G. Hastings, "*Handbook of Biomaterial Properties*", 1st ed. Springer, 1998, p. 135.
- [8] J. Pavón, "*Fractura y Fatiga por Contacto de Recubrimientos de Vidrio Sobre Ti-6Al-4V para Aplicaciones Biomédicas*," Tesis doctoral. Universidad politécnica de Cataluña, departamento de ciencia de los materiales e ingeniería metalúrgica, 2006.
- [9] D. Rodríguez, "*Obtención de capas de nitruro de titanio mediante tratamiento termoquímico en titanio y Ti6Al4V y caracterización de sus propiedades para aplicaciones biomédicas*", Tesis doctoral. Universidad politécnica de Cataluña, departamento de ciencia de los materiales e ingeniería metalúrgica, 2000.
- [10] A. Doménech et al., "*Aleaciones ligeras*". Biomecánica, Universidad politécnica de Cataluña, departamento de ciencia de los materiales e ingeniería metalúrgica, Barcelona, 2001.
- [11] L. Cordoba, "Relación entre microestructura y resistencia a la corrosión de la aleación biocompatible Ti-6Al-4V deformada en caliente.," Tesis de Maestría, Universidad Nacional sede Medellín, 2009.
- [12] American society for testing and materials. "*Standard specification for unalloyed titanium for surgical implant applications*", International standard ASTM F67-00: 2002.
- [13] International organization for standardization. "*Implants for surgery. Metallic materials. Part 2: unalloyed titanium*". International standard ISO 5832-2:1999.

- [14] I. J. Polmear, "*Light Alloys: Metallurgy of the Light Metals (Metallurgy & Materials Science)*", Wiley, September 1995.
- [15] E. W. Collings, "*The physical metallurgy of titanium alloys*", Ohio: ASM: Metals park, 1984.
- [16] C. Fleck and D. Eifler, "*Corrosion, fatigue and corrosion fatigue behaviour of metal implant materials, especially titanium alloys*," International Journal of Fatigue, vol. 32, 2010.
- [17] P. Vanzillota, M. Sader, I. Bastos, and G. Soares, "*Improvement of in vitro titanium bioactivity by three different surface treatment*", Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials, vol. 22, 2006.
- [18] M. Niinomi, "*Mechanical properties of biomedical titanium alloys*", Materials Science and Engineering: A, vol. 243, no. 1–2, pp. 231-236, Mar. 1998.
- [19] M. Niinomi, "*Mechanical biocompatibilities of titanium alloys for biomedical applications*", Journal of the mechanical behavior of biomedical materials, vol. 1, no. 1, pp. 30-42, Jan. 2008.
- [20] W. H. Smith, "*Fundamentos de la ciencia de los materiales*". McGraw Hill, 2004.
- [21] C. W. Lin, C. P. Ju, and J. Chern, "*A comparison of the fatigue behavior of cast Ti-7.5Mo with c.p. titanium, Ti-6Al-4V and Ti-13Nb-13Zr alloys*", Biomaterials, vol. 26, 2005.
- [22] J. I. Rosales-Leal et al., "*Effect of roughness, wettability and morphology of engineered titanium surfaces on osteoblast-like cell adhesion*", Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, vol. 365, no. 1–3, pp. 222-229, Aug. 2010.
- [23] F. Gil, M. Marsal, M. Anglada, and J. Planell, "*Efecto de la microestructura sobre la nucleación y propagación de grietas por deformación cíclica en la aleación Ti-6Al-4V*," in *Congreso nacional de tratamientos térmicos.*, 1990.
- [24] D. F. Williams, "*Progress in biomedical engineering*". Amsterdam: Elsevier, 1987.
- [25] L. Le Guéhennec, A. Soueidan, P. Layrolle, and Y. Amouriq, "*Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration*", Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials, vol. 23, no. 7, pp. 844-54, Jul. 2007.
- [26] X. Liu, P. Chu, and C. Ding, "*Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications*", Materials Science and Engineering: R: Reports, vol. 47, no. 3–4, pp. 49-121, Dec. 2004.
- [27] Y.-T. Sul et al., "*Characteristics of the surface oxides on turned and electrochemically oxidized pure titanium implants up to dielectric breakdown: the oxide thickness, micropore configurations, surface roughness, crystal structure and chemical composition*", Biomaterials, vol. 23, no. 2, pp. 491-501, Jan. 2002.

- [28] P. Velásquez, and S. Velásquez, “*Modificación superficial del titanio para mejorar su oseointegración*”, Tesis de pregrado, universidad de Antioquia, Medellín, 2010.
- [29] D. Rodríguez, P. Sevilla, and J. Gil, “*Anodización del titanio para la mejora ante la degradación química de material quirúrgico*”, Gaceta dental, 2010.
- [30] S. Arias, “*Ensayos biológicos sobre Ti poroso para reemplazo de hueso*”, Tesis de pregrado, Universidad de Antioquia, Medellín, 2011.
- [31] C. Langlade, A. B. Vannes, J. M. Krafft, and J. R. Martin, “*Surface modification and tribological behaviour of titanium and titanium alloys after YAG-laser treatments*”, Surface & coatings Technology., vol. 100–101, pp. 383-387, 1998.
- [32] A. Perez del Pino, P. Serra, and J. L. Morenza, “*Coloring of titanium by pulsed laser processing in air*”, Thin solid films, vol. 415, pp. 201-205, 2002.
- [33] M. Niinomi, “*Fatigue characteristics of metallic biomaterials*”, International Journal of Fatigue, vol. 29, no. 6, pp. 992-1000, Jun. 2007.
- [34] Y. Okazaki and E. Gotoh, “*Comparison of fatigue strengths of biocompatible Ti-15Zr-4Nb-4Ta alloy and other titanium materials*”, Materials Science and Engineering, vol. 31, 2011.
- [35] R. L. Norton, “*Diseño de máquinas*”, 1st edition, ed Pearson, pp. 345-425, 1999.
- [36] M. Niinomi, “*Fatigue performance and cyto-toxicity of low rigidity titanium alloy, Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr*”, Biomaterials, vol. 24, no. 16, pp. 2673-2683, Jul. 2003.
- [37] J. L. Delplancke, M. Degrez, A. Fontana, and R. Winand, “*Self-colour anodizing of titanium*”, Surface Technology, vol. 16, pp. 153-162, 1982.
- [38] C. Salazar; J. Estupiñan; H. Peña; D. Vasquez, “*Correlación experimental entre la resistencia a la corrosión del Ti-6Al-4V en solución Ringer anodizada en H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y los parámetros tiempo y voltaje electrolítico*”, Scientia et Technica, vol. 36, pp. 227-232, 2007.
- [39] T. Wennerberg; A. Bolind; P. Albrektsson, “*Glow-discharge pretreated implants combined with temporary bone tissue ischemia*”, Swed dent journal, vol. 15, pp. 95-101, 1991.
- [40] E. Gotfredson, K. Wennerberg, A. Johansson, C. Skovgaard, L. T. Hjørting-Hansen, “*Anchorage of TiO<sub>2</sub>-blasted, HA-coated, and machined implants: An experimental study with rabbits*”, Biomedical materials research, vol. 29, 1995.
- [41] J. Y. Park and J. E. Davies, “*Red blood cell and platelet interactions with titanium implant surfaces*”, Clinical oral implants research, vol. 11, no. 6, pp. 530-539, 2000.
- [42] Z. Gittens, R. A. Olivares, R. Tannerbaum, R. Boyan, B. D. Schwartz, “*Electrical Implications of Corrosion for Osseointegration of Titanium Implants*”, Journal of Dental research, vol. 90, n. 12, pp. 1389-1397, 2011.

- [43] D. M. Korotin, “*Surface Characterization of Titanium Implants Treated in Hydrofluoric Acid*”, *Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology*, vol. 03, no. 01, pp. 87-91, 2012.
- [44] S. Ban, Y. Iwaya, H. Kono, and H. Sato, “*Surface modification of titanium by etching in concentrated sulfuric acid*”, *Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials*, vol. 22, no. 12, pp. 1115-20, Dec. 2006.
- [45] J. F. Vanhumbecq and J. Proost, “*Current Understanding of Ti Anodisation: Functional, Morphological, Chemical and Mechanical Aspects*”, *Corrosion Reviews*, pp. 117-204, Mar. 2011.
- [46] L. Pazos, P. Corengia, and H. Svoboda, “*Effect of surface treatments on the fatigue life of titanium for biomedical application*”, *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, vol. 3, no. 6, pp. 416-24, Aug. 2010.
- [47] R. Norton, “*Machine Design: An Integrated Approach*”, 4th ed. Pearson College, 2010.
- [48] X. P. Jiang et al., “*Enhancement of fatigue and corrosion properties of pure Ti by sandblasting*”, *Materials Science and Engineering*: vol. 429, no. 1–2, pp. 30-35, Aug. 2006.
- [49] M. Kobayashi, T. Matsui, and Y. Murakami, “*Mechanism of creation of compressive residual stress by shot peening*”, *International Journal of Fatigue*, vol. 20, no. 5, pp. 351-357, May 1998.
- [50] J. Dean, G. Aldrich-Smith, and T. W. Clyne, “*Use of nanoindentation to measure residual stresses in surface layers*”, *Acta Materialia*, vol. 59, no. 7, pp. 2749-2761, Apr. 2011.
- [51] E. R. Olivas, J. G. Swadener, and Y.-L. Shen, “*Nanoindentation measurement of surface residual stresses in particle-reinforced metal matrix composites*”, *Scripta Materialia*, vol. 54, no. 2, pp. 263-268, Jan. 2006.
- [52] Y. H. Lee and D. Kwon, “*Measurement of residual-stress effect by nanoindentation on elastically strained (100) W*”, *Scripta Materialia*, vol. 49, no. 5, pp. 459-465, Sep. 2003.
- [53] S. Suresh and A. E. Giannakopoulos, “*A new method for estimating residual stresses by instrumented sharp indentation*”, *Acta Materialia*, vol. 46, no. 16, pp. 5755-5767, 1998.