

# Procesamiento y Caracterización de Titanio Poroso Pulvimetalúrgico para Implantes y Prótesis Articulares

J. Pavón<sup>1</sup>, Y. Torres<sup>2</sup>, and J.A. Rodríguez<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Grupo de Investigación en Biomateriales – BIOMAT, Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia, jjpavon@udea.edu.co

<sup>2</sup>Dpto. de Ingeniería Mecánica y de los Materiales, E.T.S. de Ingenieros, Universidad de Sevilla, Avda. Camino de los Descubrimientos, s/n, 41092 Sevilla, España.

**Abstract**—Commercially pure titanium (c.p. Ti) is one of the best metallic biomaterials for bone tissue replacement. However, one of its main drawbacks, which compromise the service reliability of the implants, is the stress shielding phenomenon (Young's modulus mismatch with respect to that one of the bone) and there are several previous works trying to solve this problem. One of the alternatives more studied to solve that problem has been the development of biocomposites implants and, more recently, fabrication of titanium porous implants. In this work, porous samples of c.p. Ti Grade 4 were obtained using conventional powder metallurgy technique and the influence of the processing parameters (compacting pressure and sintering temperature) in the microstructure features (size, type, morphology and percentage of porosity) as well as in mechanical properties (compressive yield strength and conventional Young's modulus) were investigated. The results indicated that there is an increment in density, roundness of pores and mean free path between them, as compacting pressure and/or sintering temperature is increased. The Young's modulus and yield strength showed the same behavior. The better stiffness results, in the central part of cylindrical samples, were obtained for a uniaxial compression of 38.5 MPa, using a sintering temperature of 1000 and 1100°C. Evaluation of porosity and Young's modulus along a cylindrical sample divided in three parts, showed that is possible to obtain a titanium sample with graded porosity which could be used to design implants. This approach opens a new alternative to solve the bone resorption problems associated to stress shielding phenomenon.

**Palabras claves**— Biomateriales, Titanio, Implantes Porosos, Apantallamiento de Tensiones, Reabsorción Ósea.

## I. INTRODUCCIÓN

La degradación de las Dentro de la comunidad de investigadores, fabricantes y usuarios de los biomateriales, es ampliamente reconocido que el titanio comercialmente

puro (Ti c.p.) es una de las mejores opciones para el reemplazo de hueso, especialmente para implantes dentales y partes de algunas prótesis articulares. Este hecho se atribuye a su excelente comportamiento *in vivo*, el cual es consecuencia de su adecuado balance entre sus propiedades mecánicas, fisicoquímicas y biofuncionales. A pesar de esto, una de sus principales desventajas es el desajuste que se presenta entre su módulo de Young (~ 110 GPa) y el del hueso cortical (~ 20 GPa), generando el fenómeno de apantallamiento de tensiones (*stress shielding*). Este desajuste puede comprometer la durabilidad de implantes y prótesis ya que fomenta la reabsorción ósea debido a la reducción en la tensión efectiva que actúa sobre el hueso.

Con el propósito de minimizar esta problemática se han desarrollado numerosos trabajos, tanto en el campo de los biocompuestos, como en el ámbito de los implantes porosos de titanio. Sin embargo, estos trabajos no han logrado satisfacer el equilibrio entre las propiedades mecánicas y biofuncionales deseadas. Algunos trabajos previos han mostrado que es posible ajustar la rigidez de muestras de titanio poroso a la del hueso cortical, a través de diferentes técnicas de fabricación [1,2]. Sin embargo, se requieren más estudios acerca del efecto global de dicha porosidad en el comportamiento mecánico de los implantes, específicamente en la resistencia mecánica y la vida a fatiga, además del conocimiento de las relaciones entre los parámetros de procesamiento y microestructura, con respecto a las dos propiedades antes mencionadas.

En este trabajo se investiga la influencia de los principales parámetros de la pulvimetalurgia, presión de compactación y temperatura de sinterización, tanto en la estructura porosa, como en las propiedades mecánicas del titanio poroso. El proceso pulvimetalúrgico llevado a cabo consistió de una etapa convencional de compactación, seguida de la sinterización de las muestras de Ti c.p. Grado 4. Este trabajo ha sido desarrollado en el marco de un proyecto en el cual el objetivo fundamental es evaluar el posible mejoramiento del equilibrio entre las propiedades mecánicas y biofuncionales de los implantes de titanio poroso diseñados para mejorar la oseointegración, reducir la

reabsorción por apantallamiento de tensiones y aumentar la prevención del daño, como único criterio de diseño admisible.

## II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### A. Procesamiento de las muestras

La técnica pulvimetalúrgica utilizada para la fabricación de las muestras porosas consistió del proceso convencional de compactación, seguido por la etapa de sinterización. El polvo de Ti c.p. Grado 4 fue previamente elaborado por un proceso de hidrogenación/des-hidrogenación. El tamaño medio de partícula de partida, según el proveedor (SE-JONG Materials Co. Ltd., Corea) fue de 23.3  $\mu\text{m}$ , con una composición química equivalente al Ti c.p. Grado 4, ASTM F67-00. Con el propósito de obtener porosidades entre el 30% y el 50%, para lograr la rigidez buscada de aproximadamente 20 GPa, las presiones de compactación utilizadas fueron de 38.5, 89.7, 147.4 and 211.5 MPa (a partir de las curvas de compresibilidad del polvo) y las temperaturas de sinterización fueron de 1000, 1100, 1200 and 1300°C durante 2 h. La masa de polvo utilizada para obtener muestras con las dimensiones adecuadas para los ensayos de compresión (altura/diámetro = 0.8) fue de 5.14 g. La etapa de compactación se realizó a través de una máquina universal Instron 5505, aplicando la presión necesaria para la porosidad deseada, seguida por el uso de una máquina universal MALICET ET BLIN U-30, para retirar la muestra de la matriz. La velocidad de carga para compactación fue de 600 kgf/s, el tiempo de sostenimiento fue de 2 min y el tiempo para la descarga fue de 15 s, hasta alcanzar una carga de 15 kgf. El proceso de sinterización fue realizado en un horno cerámico CARBOLYTE STF 15/75/450 con un tubo horizontal usando alto vacío ( $5 \times 10^{-4}$  mbar).

### B. Evaluación de la porosidad, densidad y microestructura

La medición de la densidad se llevó a cabo mediante el método de Arquímedes con impregnación de agua destilada debido a su facilidad experimental y a su razonable fiabilidad (ASTM C373- 88). La porosidad total e interconectada se estimó a partir de las mediciones de la densidad. La estimación de la porosidad por análisis de imagen se realizó mediante un microscopio óptico NIKON EPIPHOT acoplado con una cámara JENOPTIK PROGRES C3, y a través de un software IMAGE-PRO PLUS 6.2. Inicialmente, este análisis fue realizado solamente en la parte media de las muestras cilíndricas, ya que allí se presenta la porosidad más uniforme. Posteriormente, este

mismo análisis se extendió a lo largo de las muestras cilíndricas, dividiéndolas en tres partes, con el propósito de verificar el posible comportamiento de material gradiente en porosidad.

Antes del análisis de imagen, cada sección fue preparada apropiadamente según una secuencia de pasos convencionales (montaje en resina, desbaste y pulido), seguidos por un pulido mecano-químico con óxido de magnesio y peróxido de hidrógeno. Las características de porosidad estimadas mediante este método son, la relación de aspecto ( $F_f = 4\pi A/PE^2$ , donde  $A$  es el área del poro y  $PE$  es el perímetro experimental del poro) y el camino libre medio entre poros ( $\lambda$ ). Para la caracterización microestructural básica se utilizó la microscopía óptica (MO) y la microscopía electrónica de barrido (SEM).

### C. Ensayos mecánicos

Para los ensayos mecánicos de compresión fue necesario ajustar las dimensiones de la muestra a la norma ASTM E9-89a (altura/diámetro = 0.8). Los ensayos se realizaron con una máquina universal electromecánica Instron 5505, mediante una velocidad en deformación de 0.005 mm/mm·min. Todos los ensayos se consideraron terminados para una deformación del 50% y, después, se calculó, tanto el módulo de Young,  $E$ , como el límite elástico,  $\sigma_y$ . La estimación del módulo de Young a partir de las curvas tensión – deformación por compresión, fue corregida con la rigidez de la máquina de ensayos (87.9 kN/mm).

## III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### A. Procesamiento de las muestras

Ninguna de las muestras sinterizadas presentó algún evento de oxidación ó contaminación del titanio, lo que indica el papel del alto vacío durante la sinterización. Como se indicó previamente, tanto la caracterización como los ensayos mecánicos, se focalizaron en la parte central de las muestras cilíndricas, debido a la uniformidad en la porosidad, según la distribución teórica de la tensión. Posteriormente, el análisis se extendió a las otras dos partes de la muestra inicial, superior e inferior, para evaluar algún posible comportamiento gradiente.

### B. Evaluación de la porosidad, densidad y microestructura

La Fig. 1 muestra la dependencia de la porosidad total, con la presión de compactación y la temperatura de sinterización. Tal y como se esperaba, los valores más bajos de porosidad total y más alta densidad, corresponden para

los mayores valores, tanto de presión de compactación como de temperatura de sinterización. Con respecto al valor guía de porosidad (30% a 50%) para alcanzar la rigidez deseada, dicha porosidad correspondió a valores de presión entre 38.5 MPa y 89.7 MPa, para temperaturas de sinterización entre 1000°C y 1200°C, como se aprecia en la Fig. 1. A partir de esta figura se evidencia que para una porosidad total entre 30% y 40%, se requiere trabajar dentro del rango de temperaturas entre 1000°C y 1200°C, con presiones entre 38.5 MPa y 89.7 MPa. Con relación a la porosidad interconectada, esta fue siempre menor a la porosidad total, mostrando la misma tendencia con respecto a presiones y temperaturas. Sin embargo, para este caso no se dispone de un rango de valores deseado ya que ello dependerá de las propiedades elásticas del material que será usado como relleno (vidrio bioactivo, polietileno de alta densidad, etc.).

Con respecto a la evaluación del comportamiento gradiente de las muestras porosas, la Fig. 1 muestra como varía la porosidad a lo largo de las muestras cilíndricas, a partir de las mediciones hechas en las tres partes antes mencionadas. Nótese que se presenta un incremento en la porosidad, desde la parte superior hasta la inferior, mostrando un cambio continuo con una baja pendiente, lo cual podría considerarse como un cambio gradiente en la porosidad. Cabe mencionar que la comparación de porosidades para presiones incrementales y dos temperaturas diferentes (1000°C y 1200°C), muestra que la porosidad es mayor para bajas temperaturas, lo cual se esperaba. Sin embargo, es más destacable la mayor sensibilidad de la porosidad a los incrementos de presión, para bajas temperaturas: las curvas de compactación están más juntas en la figura para la temperatura de sinterización más elevada.

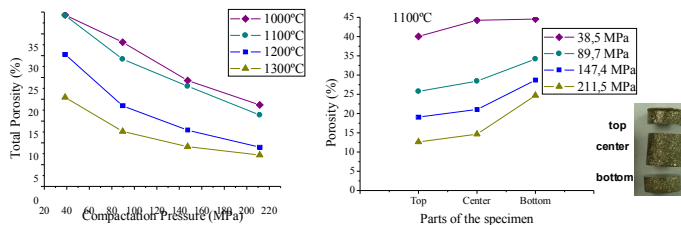


Fig. 1. Comportamiento de la porosidad en función de la presión de compactación y de la temperatura de sinterización; Comportamiento de la porosidad a lo largo de la probeta cilíndrica inicial, medida en tres partes: superior, media e inferior.

Se debe destacar, igualmente, que el comportamiento de la porosidad mostrado en la Fig. 1 es razonablemente consistente con la distribución teórica de la presión en una muestra cilíndrica sometida a compresión uniaxial. Con respecto a la relación entre la porosidad de referencia para

obtener la rigidez deseada y los resultados en la Fig. 1, está claro que los mejores resultados corresponden a los menores valores de presión y temperatura (38.5 MPa y 1100°C). Sin embargo, es más recomendable utilizar el cambio continuo que presenta la porosidad, superior a inferior, para graduar el cambio entre un núcleo sólido de titanio y el hueso cortical, tal y como se discute más adelante en términos del cambio en el módulo de Young.

En la Fig. 2 se aprecia el comportamiento de los parámetros más importantes de la porosidad, en términos, tanto de la presión de compactación como de la temperatura de sinterización, sólo en la parte media de las probetas cilíndricas. A partir de estos resultados se puede notar, como se esperaba, que los parámetros más importantes, relación de aspecto ( $F_f$ ) y camino libre medio ( $\lambda$ ), aumentan para incrementos, tanto de presión, como de temperatura. Como consecuencia lógica, la porosidad se reduce (mayor rigidez), especialmente por efecto de la presión de compactación, ya que la temperatura de sinterización tiene una mayor influencia en  $F_f$ . Sin embargo, la característica más importante del comportamiento de los poros es la diferente tendencia de  $F_f$  y  $\lambda$ , para bajas y altas presiones de compactación: se observa que para una presión baja (38.5 MPa), un incremento en la temperatura tiene un efecto más notorio, tanto en  $F_f$ , como en  $\lambda$ , con poca reducción de la porosidad, con respecto a mayores valores de presión (211.5 MPa).

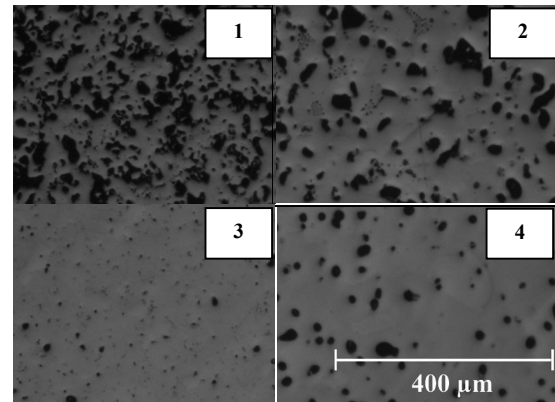


Fig. 2. Morfología de poros en función de presión y temperatura: 1 = 38.5 MPa, 1000°C,  $F_f = 0.81$ ,  $\lambda = 38.4$ ; 2 = 38.5 MPa, 1300°C,  $F_f = 0.91$ ,  $\lambda = 89.1$ ; 3 = 211.5 MPa, 1000°C,  $F_f = 0.96$ ,  $\lambda = 176$ ; 4 = 211.5 MPa, 1300°C,  $F_f = 0.97$ ,  $\lambda = 161.7$ .

Esta tendencia implica que, para mejorar la resistencia mecánica y la vida a fatiga, con poco efecto en la porosidad deseada (rigidez), es recomendable trabajar con pequeños incrementos de temperatura de sinterización para los valores más bajos de presión de compactación. Este resultado es coherente con el mayor efecto que se presenta en  $F_f$ , debido a los incrementos en la temperatura de sinterización. Los

incrementos en la temperatura de sinterización, para valores altos de presión de compactación, generan poros más grandes debido a la coalescencia de los más pequeños.

### C. Ensayos mecánicos

Las curvas tensión – deformación por compresión de la parte media del cilindro, para diferentes condiciones de procesamiento, se presentan en la Fig. 3.

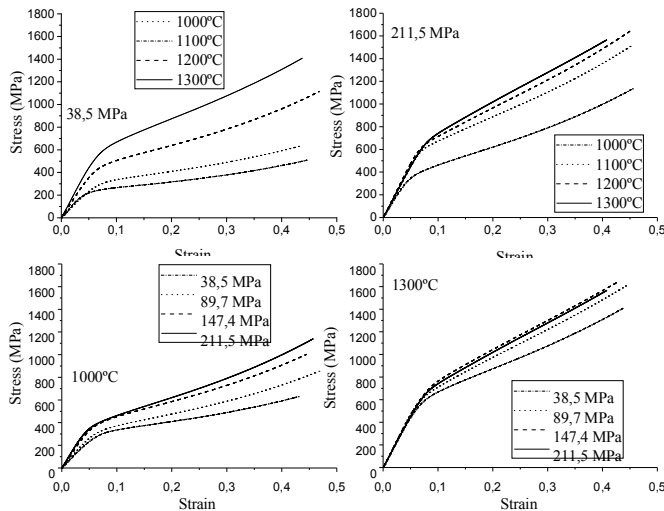


Fig. 3. Curvas tensión – deformación por compresión de las muestras porosas para diferentes condiciones de procesamiento.

A partir de esta figura se verifica que, un incremento en la temperatura de sinterización, para una presión de compactación fija, implica valores más altos, tanto en módulo de Young,  $E$ , como en límite elástico,  $\sigma_y$ . Sin embargo, es interesante destacar la sensibilidad diferente de estas propiedades mecánicas a la temperatura de sinterización, dependiendo de las presiones de compactación: se evidencia que, tanto  $E$  como  $\sigma_y$ , se ven más influenciados por aumentos de la temperatura de sinterización, para valores bajos de presión, lo cual es consistente con la mayor sensibilidad de los parámetros de porosidad ( $F_f$  y  $\lambda$ ) a los incrementos en la temperatura de sinterización. Este resultado indica que los parámetros  $F_f$  y  $\lambda$  no solamente pueden afectar las propiedades plásticas de las muestras de titanio poroso (límite elástico, resistencia mecánica y resistencia a fatiga), sino también la rigidez de las mismas.

Nótese que, en la misma figura, se aprecia que el aumento en la presión de compactación, para bajas y altas temperaturas de sinterización, muestra la misma sensibilidad de  $E$  y  $\sigma_y$ . En la misma figura también se observa que los valores de límite elástico son menores que

los de una muestra de titanio monolítico ( $\sim 600$  MPa), excepto para los valores más altos de temperatura de sinterización. Sin embargo, es más importante establecer esta comparación con respecto al límite elástico del hueso cortical ( $\sim 150$  MPa), en cuyo caso los valores experimentales de las muestras porosas son siempre mayores.

Con respecto a los valores de módulo de Young buscados, adecuados para el reemplazo del hueso cortical ( $\sim 20$  a  $25$  GPa), en la Fig. 3 se aprecia que los mejores resultados ( $20$  a  $25$  GPa) corresponden a la presión de compactación más baja ( $38.5$  MPa), con temperaturas de sinterización entre  $1000^\circ\text{C}$  y  $1100^\circ\text{C}$ , para una porosidad del  $40\%$ , en la parte media de la muestra cilíndrica.

## IV. CONCLUSIONES

1. Los mejores resultados de módulo de Young del Ti cp Grado 4 poroso, para reemplazar hueso cortical ( $20$  a  $25$  GPa contra aprox.  $20$  GPa del hueso), se obtuvieron para los valores más bajos, tanto de presión de compactación, como de temperatura de sinterización,  $38.5$  MPa y  $1000^\circ\text{C}$  a  $1100^\circ\text{C}$ , con una porosidad aproximada de  $40\%$ .
2. Los principales parámetros de porosidad, el factor de forma y el camino libre medio, han mostrado la mayor sensibilidad a incrementos en la temperatura de sinterización para los valores más bajos de presión de compactación. Esta tendencia fue consistente con el comportamiento mostrado por el módulo de Young y el límite elástico, a partir de los ensayos de compresión.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Departamento de Ing. Mecánica y de los Materiales de la Universidad de Sevilla, por la financiación de este trabajo.

## REFERENCIAS

1. Ryan G et al. (2006), Biomaterials vol. 27, pp. 2651-2670.
2. Dunand D. (2004). Advanced Engineering Materials, vol. 6, pp. 369-376.