

# Desarrollo de estructuras de titanio con porosidad gradual

## Development of titanium structures with gradual porosity

Presentación: 22/10/2023

### Valentín Néstor García

Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Córdoba, Argentina.  
[valen.n.garcia@gmail.com](mailto:valen.n.garcia@gmail.com)

### Diego Acosta

Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Córdoba, Argentina.  
[diegoe\\_acosta@hotmail.com](mailto:diegoe_acosta@hotmail.com)

### Santiago Marcelo Cantero

Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Córdoba, Argentina.  
[santi171091@gmail.com](mailto:santi171091@gmail.com)

### Roberto Oscar Lucci

Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Córdoba, Argentina.  
[robertolucci1984@gmail.com](mailto:robertolucci1984@gmail.com)

### Resumen

Las enfermedades degenerativas del hueso conllevan al desarrollo de tecnologías biomédicas para obtener materiales con aspectos superficiales semejantes a la estructura ósea no uniforme, ya que el hueso cortical es más compacto que el trabecular. Este trabajo propone estudiar la obtención de estructuras porosas con gradiente de porosidad controlado mediante la técnica de gel-casting y sinterización. Se utilizan polvos de hidruro de titanio ( $TiH_2$ ) y de resina acrílica (metacrilato de metilo) para la confección de las estructuras. Se estudia la factibilidad del proceso, así como la caracterización de la estructura obtenida.

**Palabras clave:** titanio; Gel casting; porosidad; osteointegración.

### Abstract

Degenerative bone diseases lead to the development of biomedical technologies to obtain materials with surface features similar to the non-uniform bone structure, as cortical bone is denser than trabecular bone. This study proposes to investigate the fabrication of porous structures with controlled porosity gradient using the gel-casting and sintering technique.  $TiH_2$  powder and acrylic resin (methyl methacrylate) are used to create the structures. The feasibility of the process and the characterization of the obtained structure are examined.

**Keywords:** Titanium; Gel - Casting; porosity; osseointegration.

## Introducción

La elección del titanio (Ti) como material de implante con fijación biológica se debe a sus principales características biomédicas como lo es la osteointegración, el balance de sus propiedades mecánicas, buena resistencia a la corrosión y baja densidad [1]. Pero en comparación con el hueso, el titanio posee una alta rigidez, la cual conlleva a un aflojamiento por osteoporosis, inducido por un fenómeno conocido como apantallamiento de tensiones [2].

La rigidez del Ti puede reducirse mediante la adición de elementos de aleación, la modificación de la estructura metalográfica o la generación de estructuras porosas [3], [4]. La utilización de elementos de aleación posee algunas desventajas. En primer lugar, los procesos de fundición y colada generan estructuras internas que causan problemas de segregación y pueden contener altos niveles de impurezas incorporadas a lo largo del proceso. En segundo lugar, el uso de elementos de aleación es limitado y genera pérdida de biocompatibilidad. Sin embargo, el empleo de una estructura porosa reduce eficientemente el valor del módulo elástico y además promueve el crecimiento óseo [4]. La generación de porosidad permitiría disminuir la excesiva rigidez del Ti para aproximarse al hueso ( $E_{Ti} = 110 \text{ GPa}$  y el  $E_{hueso} = 4-30 \text{ GPa}$ ) [2, 5].

La obtención de una estructura porosa es posible mediante la pulvimetalurgia. En este trabajo se propone la implementación de la técnica de gel-casting. La misma, consiste en la dispersión de un polvo, ya sea metálico o cerámico, en una solución acuosa de monómero, para formar un fluido en suspensión que puede moldearse y gelificar tomando la forma geométrica del molde que lo aloja. Después del secado, tienen lugar la eliminación del aglomerante y luego la sinterización [2, 6]. El Titanio poroso posee muchas aplicaciones, y éstas se diferencian por el tamaño de poro y densidad de poros que se necesitan [7].

La aleación de Titanio que utilizamos para nuestro proyecto abarca en la clasificación como aleación alfa, estas se caracteriza por su excelente resistencia a la corrosión dando buenas prestaciones en la aplicación biomédica, pero dificultades en forja en caliente siendo la pulvimetalúrgica una mejor alternativa para su conformación [9]. Luego se presentan otras clasificaciones que son las aleaciones alfa + beta y aleaciones beta, que se diferencian del descrito anteriormente debido a sus aleantes que estabilizan la fase beta y presentan mejoras en la conformación en caliente y resistencia al creep [9 - 10].

El hueso, está constituido por hueso cortical, el que posee la función principal de actuar mecánicamente. Por otra parte, el hueso trabecular, que posee la función metabólica del sistema, estas partes del hueso terminan constituyendo las prestaciones mecánicas del sistema óseo, que se intentan llevar al titanio con el desarrollo de la porosidad gradual [2-8].

La biocompatibilidad va estar ligado a la composición del dispositivo, sus propiedades mecánicas y las reacciones superficiales que tienen este con el cuerpo biológico. Este último se divide en 4 etapas principales, mojabilidad de la sangre, absorción de proteínas, adherencia celular y formación de tejido; que a su vez se ven afectadas por la superficie del material. La porosidad en el Titanio nos garantiza obtener una resistencia mecánica similar al hueso y mejorar el contacto superficial entre el medio biológico [8].

## Desarrollo

Para la obtención de una estructura porosa gradual de titanio, se propone un proceso basado en las técnicas de gel casting y sinterización, el mismo es detallado en la figura 1.

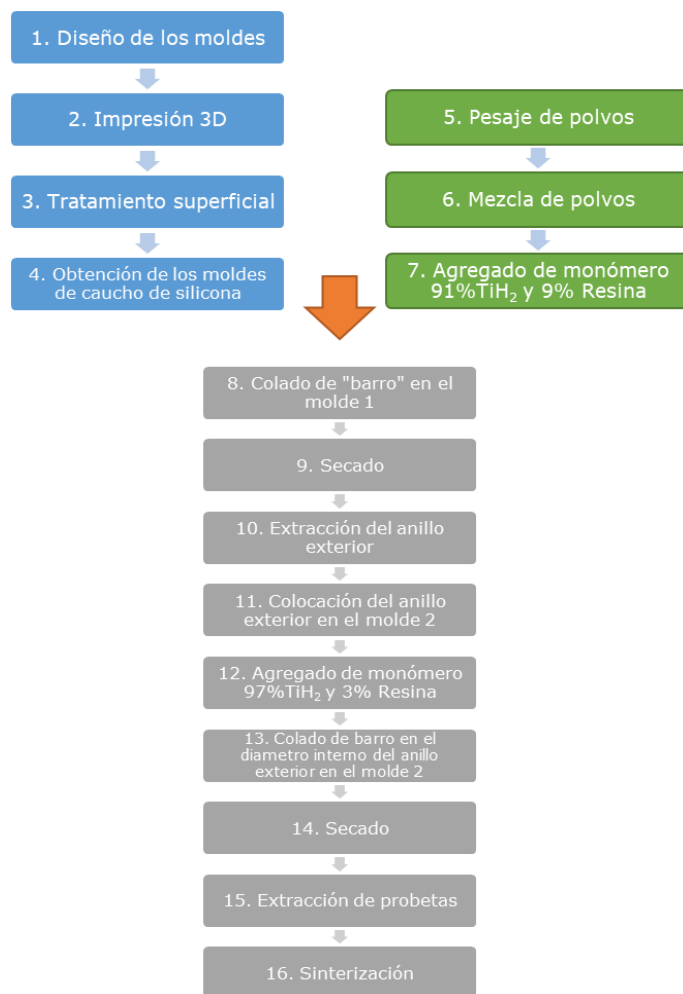


Figura 1: Proceso para la obtención de porosidad gradual por gel - casting y sinterización.

La primera parte del proceso, la cual abarca las etapas 1 a la 4, consiste en la obtención de los moldes con la forma de la muestra deseada. Para la obtención del negativo de los moldes, se utiliza la técnica de impresión 3D con plástico PLA; en donde la impresora utilizada es de marca TRIDEO modelo PrintBox MAX. Luego de realizada la impresión de los moldes negativos, se acondicionan las superficies de los mismos, para eliminar las líneas de la impresión. Finalmente se cuele sobre los moldes negativos, caucho siliconado para obtener los moldes finales, dejándolo catalizar por 24 hs.

La segunda parte del proceso abarca las etapas 5 a la 7, en donde se realiza el mezclado de polvos de hidruro de titanio II ( $TiH_2$ ) marca Sigma Aldrich, con tamaño de partícula promedio de  $43 \mu m$ , junto con resina acrílica en polvo, base poli-metacrilato de metilo (AR). La resina posee un tamaño máximo de partícula de  $88 \mu m$ . Es posible la manipulación de las diferentes relaciones de polvo de resina acrílica e hidruro de titanio, para obtener estructuras porosas con características diferentes. Luego, esta mezcla de polvos se mezcla con un monómero líquido, formando un gel o barro que se cuele por gravedad en los moldes de caucho siliconado.

La tercera parte del proceso, cuenta con 2 etapas. En la primera se cuele un barro con una relación de 93%  $TiH_2$  y 9% AR en un molde para obtener el anillo. La segunda consiste en colocar estos anillos en verde en el segundo molde y colar en su interior un barro con una relación 97%  $TiH_2$  y 3% AR. En ambas etapas se deja catalizar al barro por un período de 24hs. Finalmente se obtienen muestras en verde como se muestra en la figura 2.

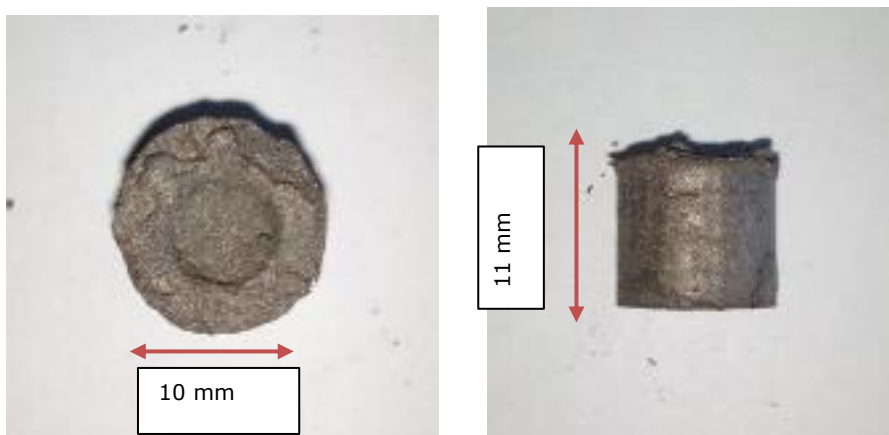


Figura 2: Muestras en verde obtenidas por gel - casting.

Una vez obtenidas las muestras en verde, se las sinteriza en un horno eléctrico marca Sentro Tech a una temperatura de 1300 °C, con la protección de una atmósfera de vacío propiciada por una bomba de alto vacío marca Edwards. La curva de sinterizado se muestra en la figura 3.

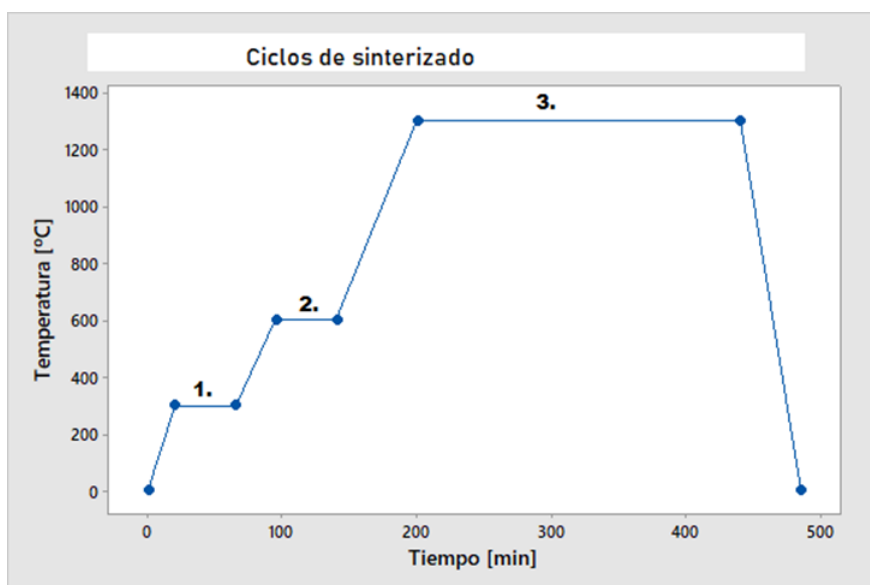


Figura 3: Curva de sinterizado.

Finalmente, para la caracterización de la estructura porosa gradual obtenida se realizan estudios mediante caracterización macrográfica por lupa, caracterización metalográfica por microscopía óptica y por microscopía confocal láser y la caracterización de la estructura porosa mediante Matlab.

La caracterización de las estructuras porosas se realiza a través del análisis de las micrografías y la utilización del software comercial MATLAB 9.2 (R2017a). Las características que se buscan medir son:

- Porosidad porcentual total de la muestra.
- Área y tamaño de los poros.

El mismo programa identifica a cada poro presente en la micrografía y luego calcula el área de cada poro contabilizando los píxeles que se alojan en el mismo. Una vez realizado lo anterior, se procede a sumar el área

de todos los poros, dividir esta sumatoria por el área total de la micrografía y luego multiplicar por 100; obteniendo así la porosidad porcentual total de la muestra.

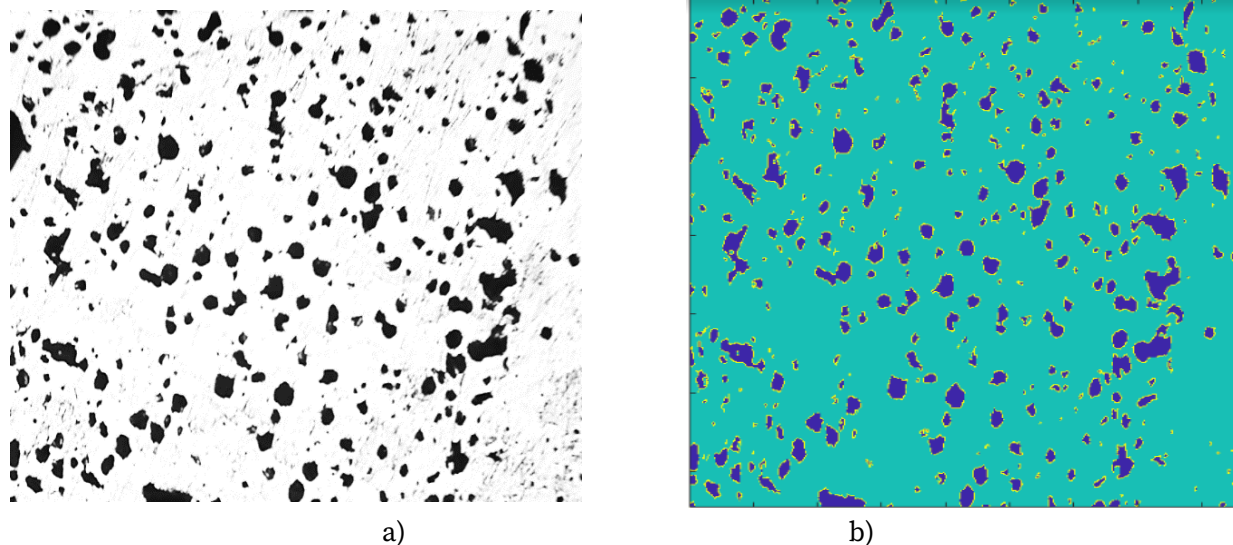


Figura 4: Análisis de porosidad en MATLAB 9.2. a) Micrografía a 100x. b) Micrografía segmentada.

## Resultados

En la caracterización macrográfica se pudieron observar desde una vista transversal, la terminación de las muestras luego del sinterizado. Imágenes de lupa 10X y 20X.

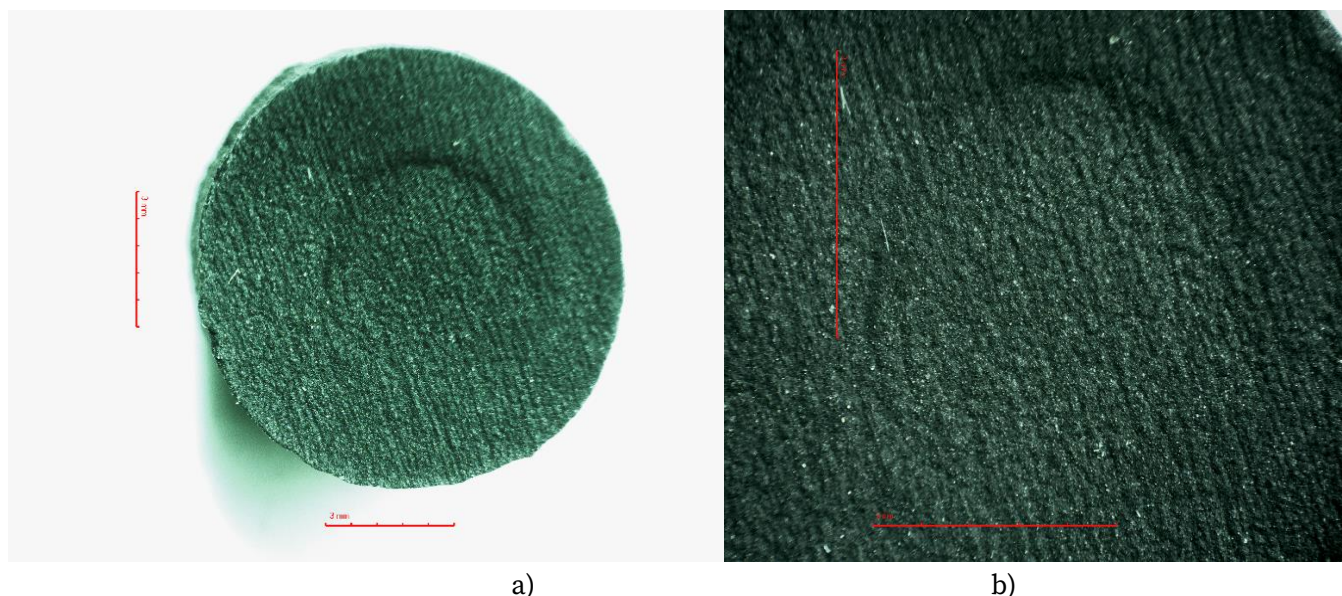


Figura 5: Macrografía en lupa estereoscópica de una muestra en verde. a) Magnificación 10X b) Magnificación 20X.

En la caracterización por microscopía óptica se puede observar una continuidad entre la interfase con 9% de AR y 3% de AR, esta se aprecia en las imágenes de la tabla 1 en donde se observan micrografías de una muestra con vista longitudinal (a y b) y vista transversal (c y d).

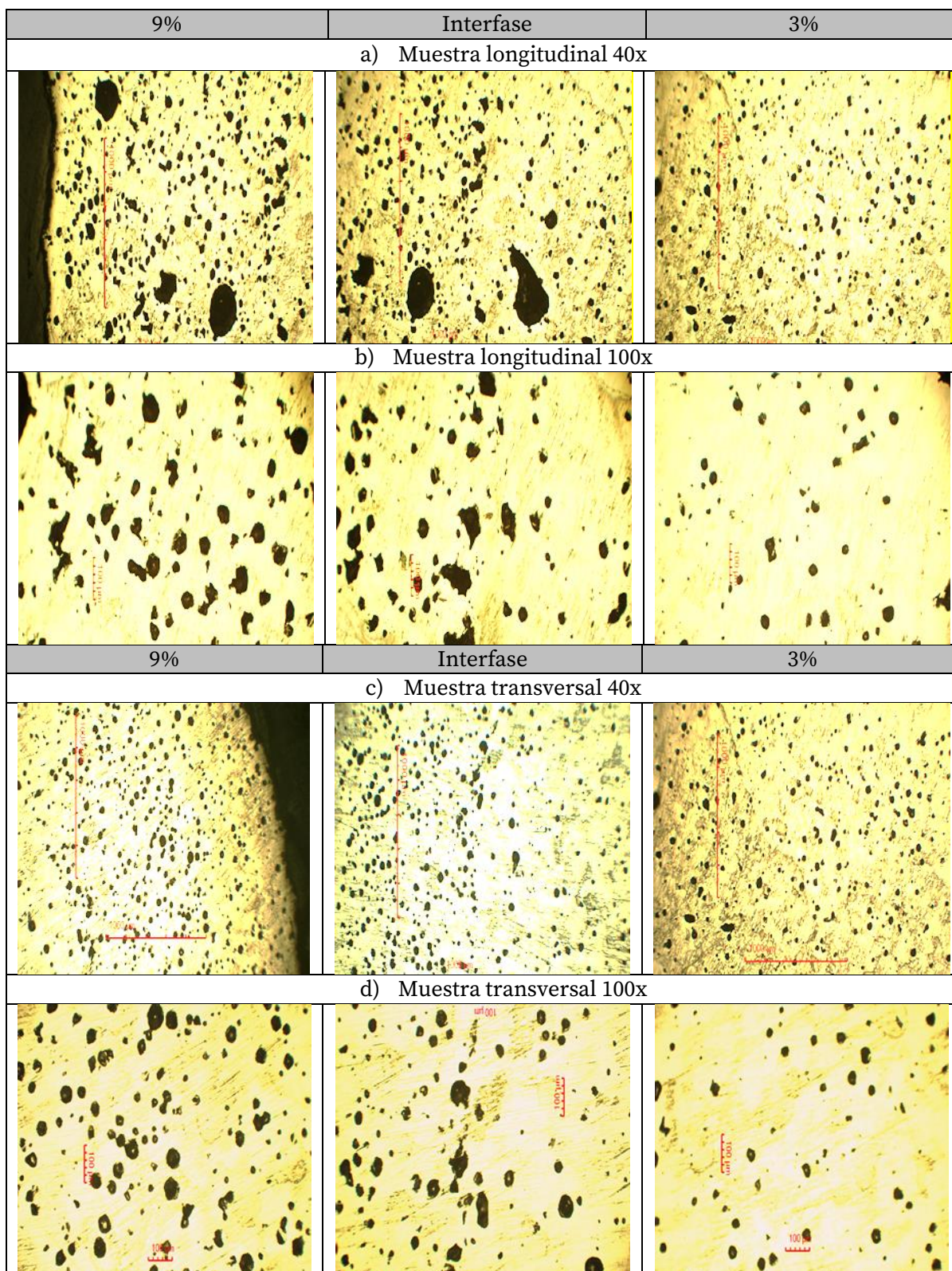


Tabla 1: Micrografías de una muestra con porosidad gradual. a) Corte longitudinal a 40x. b) Corte longitudinal a 100x. c) Corte transversal a 40x. d) Corte transversal a 100x.

A su vez también se observan algunos defectos como presencia de discontinuidad entre las interfaces y poros de gran tamaño.

Los valores de porosidad obtenidos en las diferentes zonas, se exponen en la tabla 2. Se puede observar una gradualidad de este parámetro, teniendo menor porosidad en la zona central de la muestra y aumentando hacia la superficie.

| Zona      | Porosidad (%) | Variación |
|-----------|---------------|-----------|
| 3% AR     | 3,9805        | 3,54      |
| Interfase | 7,9905        |           |
| 9% AR     | 11,036        |           |

Tabla 2: Porosidad en diferentes zonas de la muestra

En la caracterización por microscopía confocal láser, se puede diferenciar dos zonas de la estructura metalográfica, consolidadas por diferentes concentraciones de porosidad. Se obtiene mayor porcentaje de poros sobre la capa externa y, en menor proporción, sobre el núcleo de la muestra. La porosidad en ambas capas se encuentra distribuida de manera homogénea. Sin embargo, se aprecia una interfaz entre capas delimitada parcialmente por microgrietas que producen discontinuidades, así como presencia de macroporos ubicados aleatoriamente en la estructura porosa.

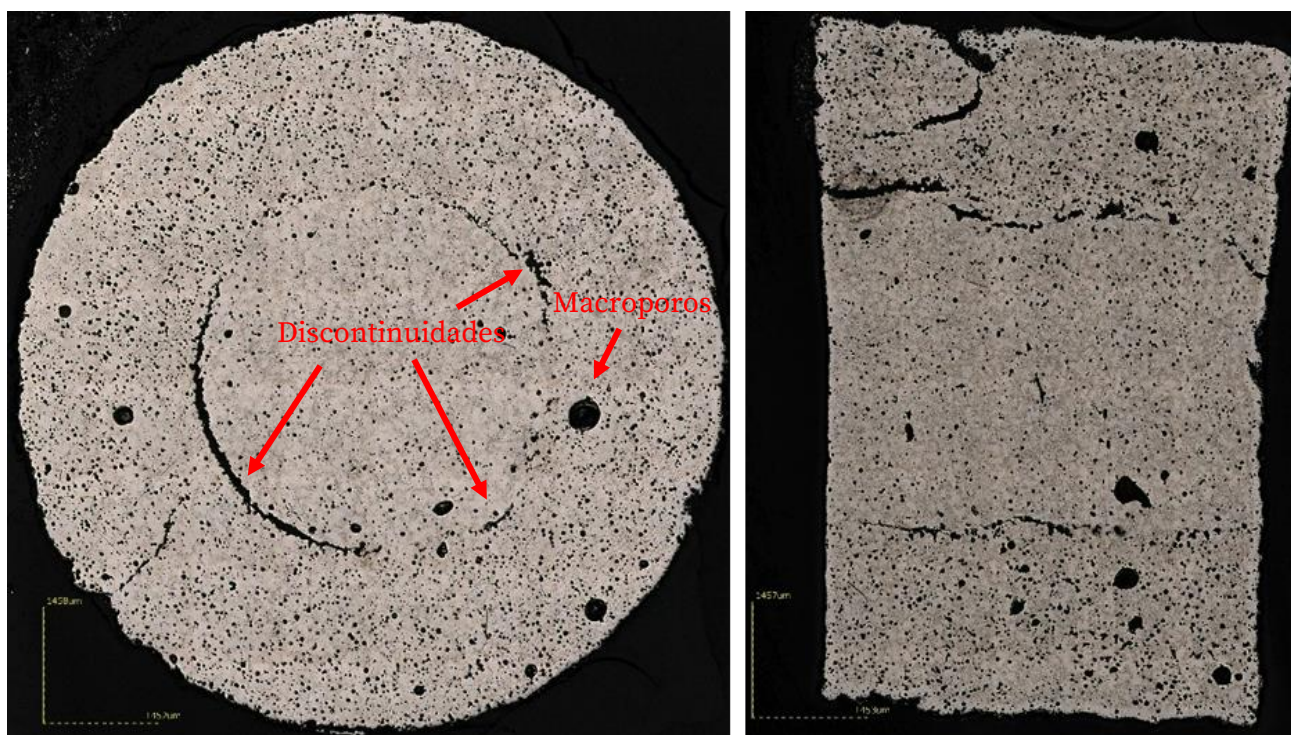


Figura 6: Imágenes micrográficas obtenidas por microscopía confocal láser en las piezas con porosidad gradual

## Conclusiones

Se logra obtener mediante la técnica gel-casting y sinterización propuesta muestras con porosidad gradual.

Se obtienen estructuras con una matriz de titanio continua con presencia de poros, la cual varía su concentración desde el centro de la muestra a la periferia.

Los defectos presentes se pueden reducir mediante la eliminación de burbujas o oclusiones de aire, que no logran escapar, por agitación manual. También, se propone el uso de bombas al vacío para la eliminación de estos gases durante el secado.

Se propone a futuro el estudio de la rigidez y de la resistencia a la fatiga de estos tipos de estructuras. Variables críticas para el estudio de la biocompatibilidad mecánica en estos tipos de materiales.

## Agradecimientos

Queremos expresar nuestro agradecimiento a la Universidad Tecnológica Nacional-Facultad Regional de Córdoba por brindarnos los espacios y equipamientos. También, a los laboratorios LAMARX e INICSA de la Universidad Nacional de Córdoba por brindarnos su apoyo en el desarrollo experimental de nuestro proyecto. Queremos agradecer a nuestro tutor Ing. Santiago M. Cantero y a nuestro Co-tutor Ing. César A. Roure que nos brindaron su total predisposición, nos han ayudado con las actividades realizadas dentro del Laboratorio. Además, agradecer al Dr. Ing. Roberto O. Lucci por brindarnos los conocimientos técnicos y académicos relacionados con el tema a desarrollar, así como acompañarnos y apoyarnos, desde el principio de la carrera, para crecer tanto en lo profesional como en lo personal.

## Referencias

- [1] Lascano, F. (2013). Development of porous structures of biocompatible titanium, obtained by powder metallurgy.
- [2] Cantero, S. M., & Roure, C. A. (Universidad T. N. (2017). Fabricación y caracterización de estructuras porosas de Titanio porosas.
- [3] H. J. Rack and J. I. Qazi, "Titanium alloys for biomedical applications," *Materials Science and Engineering C*, vol. 26, no. 8, pp. 1269–1277, 2006, doi: 10.1016/j.msec.2005.08.032
- [4] C. Oldani, "El camino del titanio como material de reemplazo óseo," *Revista de la Facultad de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales*, vol. 1, no. 1, p. 67, 2014, [Online]. Available: <https://revistas.unc.edu.ar/index.php/FCEfyN/article/view/6969/8046>
- [5] Lacroix, D. (2019). Biomechanical aspects of bone repair. In *Bone Repair Biomaterials* (Second Edi). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102451-5.00003-2>.
- [6] Guo, X. (Chalmers U. O. T. (2011). Gel casting of high strength ceramics.



- [7] Pałka, K., Pokrowiecki, R., & Krzywicka, M. (2019). Porous titanium materials and applications. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815820-3.00013-7>.
- [8] Gil Mur, J. (2018). Avances Tecnológicos en Implantología Oral: hacia los implantes dentales inteligentes.
- [9] Lucci, R. O., & Aldet, L. R. (2020). Aleaciones de Metales No Ferrosos.
- [10] Men, B., & Pablo, N. (2019). Titanio y sus Aleaciones: Estructura y Propiedades de las Aleaciones.