

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



**ESTUDIO IN VIVO DE OSEOINTEGRACIÓN EN  
IMPLANTES DENTALES DE Ti-6Al-4V CON  
SUPERFICIES MODIFICADAS**

POR

VERÓNICA CAMARILLO CASTRO

TESIS

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA  
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

CIUDAD UNIVERSITARIA

JULIO DEL 2013

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



**ESTUDIO IN VIVO DE OSEOINTEGRACIÓN EN  
IMPLANTES DENTALES DE Ti-6Al-4V CON  
SUPERFICIES MODIFICADAS**

POR

VERÓNICA CAMARILLO CASTRO

TESIS

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA  
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

CIUDAD UNIVERSITARIA

JULIO DEL 2013

# FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

## DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO

Los miembros del comité de la tesis recomendamos que la tesis “Estudio in vivo de oseointegración en implantes dentales de Ti-6Al-4V con superficies modificadas” realizada por la Ing. Verónica Camarillo Castro sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales.

El Comité de Tesis

---

Dr. Marco A. L. Hernández Rodríguez.  
Asesor

---

Dr. Mario A. Guzmán García

---

Dr. Arturo Juárez Hernández

---

Vo. Bo.  
Dr. Moisés Hinojosa Rivera

San Nicolás de los Garza, N.L., Julio del 2013

# **AGRADECIMIENTOS**

**Al CONACYT y FIME-UANL, por el apoyo económico brindado para realizar mis estudios de posgrado. Gracias por la ayuda y confianza depositadas en mí.**

**A la empresa MAGEOTEC, S.A de C.V por el material aportado en el presente proyecto.**

**Muy en especial a mi asesor, el Dr. Marco A. Hernández Rodríguez por su apoyo incondicional, soporte y orientación.**

**Al M.C Geo R. Contreras por apoyarme en todo lo concerniente al estudio.**

**Al Dr. Mario Guzmán por las instalaciones prestadas para el estudio in vivo, además de su tiempo y consejos; a la Dra. Belinda Beltrán por el apoyo brindado en el estudio in vivo.**

**Al Dr. Rafael Mercado por facilitar equipo para la realización de pruebas en laboratorio; al Dr. Nelson Garza por su tiempo y ayuda en las sesiones de microscopía.**

**A Lynda, Jose Luis, Sergio, Cirilo, Pancho, Javi, Hilario, Rober, Aza, Lampa y todo aquel que me brindó su ayuda en algún momento, muchas gracias!**

# ÍNDICE

CAPÍTULO 1 .....	1
Introducción .....	1
CAPÍTULO 2 .....	4
Antecedentes .....	4
2.1 Biocompatibilidad.....	4
2.1 Biocompatibilidad del titanio .....	6
2.2 Oseointegración.....	6
2.3 Hueso .....	7
2.3.1 Estructura macroscópica .....	9
2.3.2 Estructura histológica ósea .....	10
2.4 Biometales.....	11
2.4.1 Acero inoxidable .....	11
2.4.2 Aleaciones cobalto-cromo .....	12
2.4.3 Titanio.....	13
2.5 Titanio en uso biomédico .....	17
2.6 Implantes dentales.....	18
2.6.1 Historia .....	18
2.6.2 Tipos de implantes de titanio.....	20
2.7 Diseño de implantes dentales.....	21
2.8 Tratamientos superficiales sobre titanio .....	24
2.8.2 Métodos químicos .....	27
2.8.3 Métodos de recubrimiento .....	28
2.8.4 Métodos bioquímicos.....	29

2.9 Cerámicos usados en aplicaciones biomédicas.....	29
2.9.1 Fosfatos cálcicos.....	30
2.9.2 Wollastonita.....	32
CAPITULO 3.....	37
Experimentación.....	37
3.2 Caracterización de material base Ti-6Al-4V.....	39
3.3 Métodos.....	40
3.3.1 Limpieza.....	40
*3.3.3 Sandblast/ataque ácido.....	42
*3.3.4 Sandblast/ataque ácido/anodizado.....	43
*3.3.5 Sandblast/ataque ácido/TiO <sub>2</sub> -tratamiento térmico.....	45
3.4 Caracterización de materiales y muestras.....	48
3.4.1 Microscopio óptico.....	48
3.4.2 Espectrómetro de Chispa.....	49
3.4.3 Análisis químico de materiales para recubrimiento.....	49
3.4.4 Difracción de Rayos X (DRX).....	49
3.4.5 Perfilometría de contacto (rugosímetro).....	49
3.4.6 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).....	50
3.4.8 Energía Dispersiva de Rayos X (EDX).....	50
3.5 Cirugía experimental para estudio "in vivo".....	51
CAPITULO 4.....	54
Resultados y discusión.....	54
4.1 Caracterización de material base.....	54
4.1.2 Microestructura de material base.....	55
4.1.2 Microdureza.....	55

4.1.3 Propiedades mecánicas.....	56
4.2 MEB tratamientos superficiales aplicados.....	57
*4.3 Rugosidad.....	62.
*4.4 Extracción de implantes.....	63.
*4.5 Análisis de torques de extracción para cada condición aplicada.....	64.
*4.6 MEB implantes extraídos.....	68.
CAPITULO 5.....	72
Conclusiones y recomendaciones.....	72
REFERENCIAS.....	74
INDICE DE TABLAS.....	78
INDICE DE FIGURAS.....	79
INDICE DE GRAFICOS.....	80

# RESUMEN

En la actualidad es necesario reemplazar piezas dentales, perdidas a causa de accidentes o enfermedades, los implantes dentales son aditamentos metálicos que constituyen una excelente alternativa por estética, anatomía y funcionalidad para el paciente. El titanio puro o sus aleaciones son ampliamente utilizados en los implantes dentales, debido a biocompatibilidad y oseointegración.

Aunado a las favorables características del titanio y sus aleaciones, se han fabricado implantes con diversos diseños que aumenten la fijación con el hueso receptor. Cada día aumentan los diseños que utilizan modificaciones superficiales con materiales bioactivos, a fin de oseointegrar en un menor tiempo al implante en hueso.

En el proyecto se hace una comparación entre diferentes técnicas de modificación superficial, desde la más básica hasta la combinación de estas mismas, la experimentación se hizo variando los parámetros utilizados en las ya existentes y proporcionando una combinación entre una y otra. La comparación entre las técnicas existentes tiene lugar con una técnica propuesta, desarrollada con material bioactivo y sinterizado por medio de láser. Con esto se busca establecer el beneficio de la nueva técnica propuesta al proporcionar un menor tiempo de oseointegración y mayor fijación con el hueso receptor.

Fue un total de 5 técnicas además de la muestra control utilizadas en la experimentación, la primera de éstas tiene la combinación de ataque ácido y sandblast con HF y partículas de alúmina respectivamente. Las siguientes tienen la combinación anteriormente descrita de HF y sandblast variando un

tercer elemento a cada una de las técnicas. En una de ellas se suma un anodizado utilizando como electrolito  $H_2SO_4$ , en la siguiente la adición de  $TiO_2$  con sinterizado por medio de tratamiento térmico y las últimas dos se adiciona una capa de Wollastonita con sinterizado por medio de láser variando la potencia utilizada en cada una.

La evaluación de resultados se realizó mediante un estudio in vivo en cerdos vietnamitas midiendo el torque de extracción en cada uno de los implantes, al tiempo de un mes de cirugía, a partir del cual se pueden tener resultados fiables de oseointegración entre implante-hueso, Los que mostraron mayor retención mecánica fueron los implantes con  $TiO_2$  y wollastonita, siendo esta última la que obtuvo valores promedio más altos que el resto.

# CAPÍTULO 1

## Introducción

---

El avance tecnológico ha permitido que personas edéntulas o parcialmente edéntulas cuenten con piezas protésicas que reemplacen las piezas dentales faltantes del paciente. Los biomateriales son ampliamente utilizados para la sustitución de dichas piezas perdidas. Un factor que ha mejorado con el paso de los años, es el tiempo en que un implante se fija completamente al hueso, en un proceso llamado oseointegración, este término lo instituyó Brånenmark al realizar experimentación en ratas con su grupo de trabajo en los años sesentas y definiéndolo como la conexión directa estructural y funcional entre el hueso vivo, ordenado y la superficie de un implante sometido a carga funcional [1]. Por tanto todas las modificaciones hechas a los nuevos implantes buscan una respuesta favorable del medio receptor y un menor tiempo de anclaje, así también que el implante soporte las cargas aplicadas y tenga un éxito clínico a largo plazo.

Los metales son ampliamente utilizados en los diseños de implantes debido a sus propiedades mecánicas, además tienen un rango extenso de aplicaciones, como prótesis de cadera, rodilla, placas para fijar alguna lesión ósea, prótesis dental, implantes dentales, entre muchas otras. Entre las aleaciones metálicas usadas como biomaterial se encuentran las de níquel-cromo, cobalto-cromo, acero inoxidable, titanio y aleaciones de titanio, éste último utilizado en nuestro estudio.

El titanio fue descubierto en 1791. Es el noveno elemento más abundante en la Tierra con una concentración media de 0.8% en peso, es un elemento cuya estructura electrónica permite que forme soluciones sólidas con muchos elementos sustitucionales, es clasificado como un material ligero, a pesar de que su densidad es de  $4.51 \text{ g.cm}^{-3}$ . Estas propiedades aunadas a su alta resistencia a la corrosión y biocompatibilidad, hacen que el titanio sea muy utilizado en la industria médica [2]. Como se mencionó anteriormente el primer trabajo que involucró el uso del titanio en la implantología dental fue realizado por Brånenmark, en el año de 1965, cuando inserta el primer implante dental de titanio.

Hoy en día se comercializan una gran de diseños en implantes dentales, el éxito clínico radica en muchos factores, quizá el más importante es la rápida oseointegración y biocompatibilidad entre implante hueso. Muchos de los implantes actuales adicionan materiales bioactivos en la superficie del implante mediante diversas técnicas, algunas de ellas muy costosas.

Los tratamientos más significativos, al haber obtenido mejores resultados en comportamiento biológico, mecánico y contra la degradación, son: el sandblast, el ataque ácido y la proyección por plasma del titanio, en el caso de la modificación topográfica; además, la deposición de fosfatos cálcicos por medio de técnicas como anodizado, ablación láser o proyección por plasma.

El presente trabajo se realizó en conjunto con la empresa MAGEOTEC® S.A de C.V la cual proporcionó los implantes, equipos y materiales usados para modificar las superficies de los implantes a estudiar.

## **Objetivo**

El objetivo general del presente estudio es mejorar la oseointegración de implantes dentales, disminuyendo de respuesta del tejido óseo al generar superficies rugosas y bioactivas mediante un tratamiento que combina el uso de wollastonita y sinterizado láser. Así mismo evaluar los resultados mediante un estudio in vivo al medir el torque de extracción al cabo de un mes de cirugía.

## **Hipótesis**

1. Los tratamientos superficiales con recubrimientos bioactivos y sinterizado (wollastonita,  $\text{TiO}_2$ , láser  $\text{CO}_2$ ) tienen un efecto benéfico en la oseointegración, comparado con las superficies modificadas mecánicamente (sandblasting) y aún mejor que las superficies maquinadas.
2. Evaluar el comportamiento de las superficies obtenidas mediante la combinación de wollastonita y sinterizado láser.
3. El tiempo de implantación de las muestras nos darán resultados rápidos y confiables de oseointegración al tener el cerdo un genoma parecido al humano.

# CAPÍTULO 2

## Antecedentes

---

### 2.1 Biocompatibilidad

Los biomateriales deben llenar los siguientes requisitos:

- a) resistencia a la corrosión  
oseointegración
- b) propiedades mecánicas favorables, ejemplo: Módulo de Young similar la del hueso, resistencia a la fatiga acorde a la aplicación deseada.
- c) procesabilidad
- d) disponibilidad (bajo costo)

Existen diversos materiales biocompatibles, desde polímeros, cerámicos y metales, en el presente estudio hablaremos más extensamente de estos últimos.

La palabra “biocompatibilidad” es usada en la comunidad de biomateriales, su definición oficial la designa como la capacidad de un material a ser utilizado en una aplicación específica con una respuesta adecuada del tejido receptor [3]. Sin embargo, son muy pocos los materiales biocompatibles que son aceptados por todo cuerpo, así que no cumplen en definitiva con esta descripción. Para esto existen otros tipos de definiciones que nos ayudan a evaluar si un material es biocompatible. En la definición de procedimiento, dada por la norma

ISO10993-1 se detallan una serie de pruebas para saber si un material puede ser considerado biocompatible. La tabla 2.1 describe brevemente las pruebas que un material debe pasar para considerarse biocompatible. Estas pruebas estudian extractos de material o dispositivos que estarán en contacto con el tejido para descubrir posibles daños en el mismo.

**Tabla 2.1 Evaluación biológica de dispositivos médicos de acuerdo a la norma ISO10993-1.**

<ul style="list-style-type: none"><li>▪ Requerimientos para el bienestar animal</li><li>▪ Ensayos de genotoxicidad y carcinogenicidad</li><li>▪ Toxicidad en la reproducción</li><li>▪ Interacción con la sangre</li><li>▪ Citotoxicidad <i>in vitro</i></li><li>▪ Efectos locales después de la implantación</li><li>▪ Residuos de esterilización</li><li>▪ Degradación de materiales</li><li>▪ Irritación y sensibilidad</li><li>▪ Toxicidad sistémica</li><li>▪ Preparación de muestras</li><li>▪ Identificación y cuantificación de productos degradados</li></ul>
--

La definición práctica de biocompatibilidad, se lleva a cabo con una de las pruebas antes mencionada en la tabla 2.1 “efectos locales después de la implantación” en la cual después de un mes el implante se encuentra dentro de una cápsula avascular y no ha causado daño en el tejido, siendo éste libre de infecciones se considera que el material es biocompatible.

De acuerdo a un estudio llevado a cabo por Martinson [1], en el cual se evalúa la reacción de tejido a un cuerpo extraño prácticamente todo el material que no presenta rechazo es considerado como biocompatible.

## **2.1 Biocompatibilidad del titanio**

Numerosos estudios respaldan la biocompatibilidad del titanio, en un experimento realizado en fémures de ratas y llevado a cabo por Laventhal [81] en 1951, se comprobó que al término de dieciséis semanas de implantación las muestras estaban fuertemente fijadas al hueso. En otro realizado por Branemark [82], se colocaron cámaras en el peroné de conejos cuyas carcacas estaban fabricadas de titanio, después de la cicatrización y remodelación del tejido, era imposible retirar el material implantado sin dañar el hueso circundante. Tales estudios utilizaron como material al titanio, y ambos demostraron que se podía conseguir una conexión firme entre el hueso y el tejido.

El titanio es un material bioinerte y es ésta característica la que genera su alta biocompatibilidad y por ende su oseointegración.

## **2.2 Oseointegración**

Otra de las características que hacen del titanio un material muy utilizado en la implantología dental es la oseointegración, este término fue introducido por Branemark y lo describe como “la conexión directa estructural y funcional entre el hueso vivo, ordenado y la superficie de un implante sometido a carga” [4]. La oseointegración depende de la cicatrización y remodelación del tejido óseo.

La integración de material metálico con hueso o tejido blando envuelve reacciones fisiológicas y biológicas como por ejemplo la corrosión, que es una reacción química a la cual el titanio es altamente resistente. Los implantes de titanio adecuadamente oseointegrados cumplen con las siguientes características descritas por Misch [5].

1. Mantenimiento del hueso
2. Dientes con buena posición
3. Mantenimiento de las dimensiones verticales

4. Buena oclusión
5. Cargas oclusales directas
6. Mayores porcentajes de éxito
7. Aumento de la fuerza oclusal
8. Mejor función masticatoria
9. Mayor estabilidad y retención
10. Mejor fonética
11. Mejor percepción de la posición de los dientes y de las fuerzas ejercidas por ellos.
12. Gran mejora de satisfacción psicológica.

El anclaje de los implantes dentales perfectamente oseointegrados dan una vida larga al implante asegurando su éxito clínico, más adelante hablaremos más extensamente de los tipos de implantes que hay, así como sus características y diseños existentes.

### **2.3 Hueso**

Los materiales y el diseño de un implante dental dependen en gran medida de la fisiología, anatomía y química del hueso. A continuación daremos una descripción breve de su composición y formación. El hueso tiene dos componentes fundamentales: la componente orgánica que está integrada por fibras de colágeno en su mayor parte y la componente inorgánica compuesta de hidroxiapatita ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) que comprende aproximadamente el 70% en peso del hueso y es de la que depende la dureza y la rigidez del mismo [6]. Las fibras de colágeno son las que contribuyen a la elasticidad del hueso y la misma vez a la fuerza de este último. En la tabla 2.2.1 se detallan los componentes del hueso.

El hueso se forma a partir de fibroblastos, osteoblastos y osteocitos, un conjunto de osteocitos forma una osteona en el hueso compacto, y en el hueso esponjoso se produce una proliferación laminar de osteoblastos y osteocitos, su

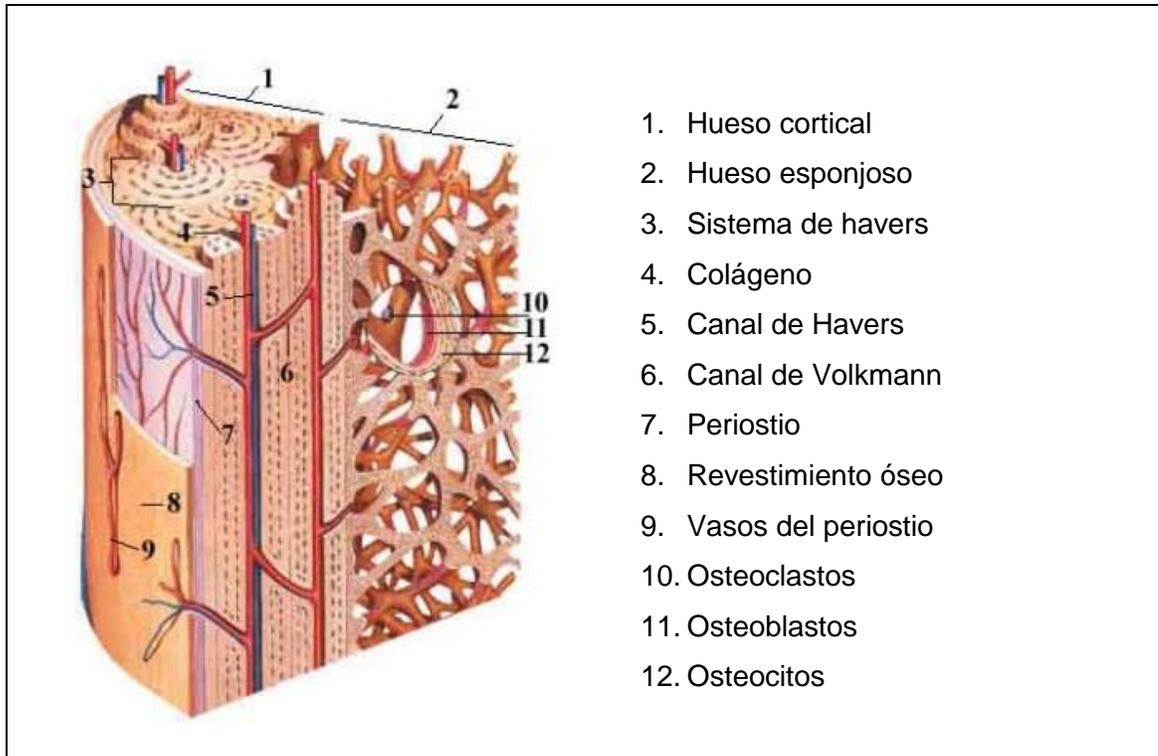
desarrollo se denomina osteogénesis y ocurre en dos etapas generales: la primera es la proliferación de cartílago y la segunda es la osificación, en la cual se depositan los cristales de HA y fosfatos de calcio.

**Tabla 2.2 Composición del hueso**

<b>Componente</b>	<b>Porcentaje</b>
Mineral	70
Orgánica	22
Colágeno	(90-96)
Agua	(4-10)
Otros	8

Sobre las fibras de colágena se depositan los cristales de HA formando láminas concéntricas alrededor de vasos sanguíneos, conformando así el hueso compacto, el cual se nutre a través de los conductos de Havers- Volkman, en el caso del hueso esponjoso ocurre lo mismo, solo que la disposición es en forma de contenedores lagunares alrededor de lechos polimorfos sanguíneos y este se nutre a través de las lagunas vasculares [7].

El periostio es el tejido blando que recubre al hueso y contribuye a la nutrición, la línea de fusión epifiseal, solo se presenta en los niños debido a que es la zona de crecimiento, la arteria nutriente contribuye a la irrigación, aunque la mayor parte de esta se realiza por medio de los tejidos blandos y finalmente la médula ósea se encuentra dentro de la cavidad intramedular. El hueso presenta en su estructura poros intercomunicados entre las diferentes celdas óseas que lo conforman y permiten fácilmente el paso del tejido hemático y de los nutrientes haciéndolo un tejido vivo activo, estos poros se observan con mayor claridad en el hueso esponjoso. (Figura 2.1)



**Figura 2.1** Esquema del hueso cortical y esponjoso

### 2.3.1 Estructura macroscópica

La estructura macroscópica del hueso comprende dos tipos de hueso: cortical y hueso esponjoso. Por ejemplo, la sección transversal de uno de los huesos largos, tales como el fémur, tiene una cáscara de densa cortical y en su interior hueso esponjoso; los huesos planos como la cavidad craneal tienen el aspecto de sándwich, con largas capas de hueso cortical en las superficies exteriores mientras que en el interior tiene finas capas de hueso esponjoso [9].

El hueso cortical aparece como una masa sólida y dura que se encuentra en la periferia de los huesos individuales del esqueleto. El hueso esponjoso es el que soporta las diferentes cargas, y fuerzas de torsión y compresión que recaen sobre el hueso, como su nombre lo indica, se asemeja a una esponja, con una porosidad interconectada de entre un 50 y un 90%. Está colocado por debajo de la capa cortical. Se encuentra como un sistema tridimensional de trabéculas óseas finas ramificadas al interior del hueso. La orientación de las trabéculas es

paralela al los grandes esfuerzos de compresión y a los esfuerzos de flexión, con lo cual se combinan gran robustez mecánica con un uso escaso de material y un peso reducido [1, 8].

Los huesos corticales y reticulados tienen propiedades mecánicas totalmente diferentes. El hueso cortical es más denso, fuerte y rígido que el reticular, pero también es más frágil. En general se puede decir que ciertos huesos son más resistentes y rígidos en la dirección en que soportan carga comúnmente durante las actividades normales diarias. Es importante recalcar que los huesos suelen ser más resistentes a compresión que a tensión. El hueso cortical tiene una resistencia de 130 MPa a tensión y 190 MPa a compresión. Los huesos reticulados se comportan en forma similar bajo tensión y compresión

### **2.3.2 Estructura histológica ósea**

El hueso laminar es la combinación de hueso compacto y hueso esponjoso y se encuentra a lo largo del esqueleto. Las unidades estructurales del tejido óseo maduro son laminillas óseas de 3 a 7µm de espesor que sobre todo en las regiones de sustancia compacta forman sistemas tubulares finos, las osteonas. Las laminillas unidas entre sí están compuestas por una matriz calcificada en la que hay lagunas lenticulares dispersas que alojan las células óseas llamadas osteocitos. La mayoría de las laminillas están orientadas en forma concéntrica alrededor de vasos que transcurren longitudinalmente y aquí forman unidades estructurales cilíndricas, las osteonas o sistemas de Havers.

#### **2.3.2.1 Tipos de células óseas**

Las células óseas son de cuatro tipos

1. Células osteoprogenitoras
2. Osteoblastos
3. Osteocitos y osteoclastos

Las células osteoprogenitoras se diferencian en forma continua a partir de células madre mesenquimáticas y siguen su desarrollo hasta que dan origen a los osteoblastos. Los osteoblastos son las células formadoras de la matriz de hueso en crecimiento y maduro. Los osteocitos son osteoblastos con modificaciones morfológicas situados en lagunas de la matriz, se cree que participan en remodelado óseo de la matriz. Los osteoclastos se hacen cargo de la resorción la matriz calcificada, son células gigantes multinucleadas que contienen de 1 a más de 20 núcleos, su diámetro está un rango desde 20 a menos de 100 $\mu$ m [10].

## **2.4 Biometales**

La gran diversidad de materiales usados en medicina y biotecnología es resultado del avance tecnológico de los mismos con el paso del tiempo. La principal característica de los biometales, como lo hemos mencionado anteriormente, es su biocompatibilidad, además debe soportar grandes cargas y tener alta resistencia a la fatiga y al desgaste. Los metales más comúnmente utilizados, son el acero inoxidable, las aleaciones base cobalto y el titanio y sus aleaciones, los anteriores cumplen aceptablemente con los requisitos para este tipo de materiales. Se describirá más ampliamente las características del titanio y sus aleaciones, por ser éste, el material base en los implantes del presente estudio.

### **2.4.1 Acero inoxidable**

A pesar de que existen diversos aceros disponibles para aplicaciones médicas, el más comúnmente usado es el acero 316L, este acero tiene 0.030% de carbono (peso %) esta cantidad minimiza la posibilidad de la corrosión en medio biológico. La aplicación médica más usada para este tipo de metal es la de tornillos y placa temporales, debido a su limitada resistencia a la corrosión por picadura [11].

#### **2.4.2 Aleaciones cobalto-cromo**

Los dos elementos básicos de estas aleaciones son el cobalto en 65% y el cromo con 35% porcentaje en peso como máximo, el molibdeno se agrega con el objetivo de hacer el tamaño de grano más fino y proporcionarle mayor resistencia a la aleación [12]. Las aleaciones CoCrMo son ampliamente utilizadas en ortopedia y odontología debido a su gran biocompatibilidad y por la formación espontánea de la capa pasiva de cromita que le proporciona al material una alta resistencia a la corrosión. La aleación base cobalto ASTM F-75 cumple con los requerimientos en biocompatibilidad, sin embargo sus propiedades mecánicas son muy variables con la composición química y el procesamiento, lo que ha dado como consecuencia que resultados obtenidos por distintos investigadores muestren una gran discrepancia entre ellos y no ha sido posible aun tener una explicación satisfactoria para este fenómeno. Por otra parte, estudios han demostrado que defectos de solidificación comúnmente encontrados en condiciones de colada como micro rechupes, son causa de fallas por fatiga en implantes articulares, específicamente de cadera [13]. La aleación F799, es básicamente una modificación de la F75, procesada mediante forjado en caliente, la fatiga, cedencia y resistencia es casi dos veces que la de la F75. En la aleación F90, se añaden elementos como el tungsteno y el níquel para mejorar la maquinabilidad de la aleación. La F562, conocida como MP35N esta aleación está compuesta por cobalto y níquel en su mayoría, con cantidades significativas de cromo y molibdeno, las iniciales “MP” (por sus siglas en Inglés) hacen alusión a las múltiples fases que presentan debido a los tratamientos térmicos que se llevan a cabo para generar microestructuras controladas, que dan como resultado buenas propiedades mecánicas y la convierten en un excelente candidato para aplicaciones de biomédicas [11].

### 2.4.3 Titanio

El titanio fue descubierto en 1791 por el británico William Gregor es el cuarto elemento más abundante en la corteza terrestre (0.86%) después del aluminio, hierro y magnesio. Su nombre fue dado por el químico Martin Heinrich Klaporth en 1795, quién le dio este nombre debido a su extrema dureza e inspirado en el nombre de los hijos de Urano y Gea, los titanes [14]. En 1932 Wilhelm Justin Kroll desarrolló un método para producirlo comercialmente, reduciendo el tetracloruro de titanio ( $TiCl_4$ ) utilizando como agente reductor el calcio o magnesio. En la actualidad, éste método es el más utilizado y es conocido como “proceso Kroll”. Muchas de las propiedades del titanio y sus aleaciones, se deben a la formación de una capa de óxido de unos nanómetros de espesor, esta capa se forma espontáneamente en la superficie del material por exposición al aire. En la tabla (2.3) se mencionan algunas propiedades físicas del titanio.

La biocompatibilidad del titanio y sus aleaciones resulta de la estabilidad química, resistencia a la corrosión, estado termodinámico estable y la estructura de la película de óxido formada. La película está compuesta principalmente  $TiO_2$ . Además el titanio y sus óxidos tienen una baja tendencia a la formación de iones en medios acuosos [16] [17]. El dióxido de titanio ( $TiO_2$ ) tiene un punto de fusión de  $1855^\circ C$ , tiene una masa molar de 79.90, existe en tres formas: anatasa, brookita y rutilo [18].

**Tabla 2.3 Propiedades físicas**

<b>Estructura cristalina</b>	<b>HCP (&lt;882.5°C)</b> <b>BCC (&gt;882.5°C)</b>
<b>Diámetro atómico</b>	<b>0.320</b>
<b>Densidad</b>	<b>4.54</b>
<b>Punto de fusión</b>	<b>1667</b>

El titanio es el único metal ligero que presenta dimorfismo, ya que en estado puro su estructura hexagonal compacta ( $\alpha$ ) presenta una transformación alotrópica en una estructura BCC ( $\beta$ ) a la temperatura de 882.5°C. La estructura  $\beta$  es inestable a temperaturas menores a 882.5°C, descomponiéndose de nuevo en la fase  $\alpha$ . Esta transformación posibilita la realización de tratamientos térmicos con transformación total en las aleaciones de titanio, además ofrece la posibilidad de obtener aleaciones con microestructuras de tipo  $\alpha$ ,  $\beta$  o  $\alpha/\beta$ , dependiendo de los elementos aleantes que estabilizan una u otra fase. El titanio se puede alea con diferentes materiales, que estabilizan las fases en las cuales se presenta. El aluminio tiene alta solubilidad en la fase  $\alpha$  y  $\beta$ . Los metales que estabilizan la fase  $\beta$  son elementos que permiten que sea estable a temperaturas menores a la de  $\beta$ -transus, ejemplos de estos son el vanadio, molibdeno y tántalo, entre otro grupo que estabiliza esta fase cuando forma sistemas eutectoides con el titanio [15].

#### 2.4.3.1 Aleaciones de titanio

Existen más de 100 aleaciones de titanio conocidas sin embargo solo de 20 a 30 tienen un estatus comercial, de estas la aleación más usada es Ti-6Al-4V, en un 50%, el resto es titanio no aleado. La tabla 2.4 muestra las propiedades mecánicas de las aleaciones de titanio más utilizadas en implantes dentales.

**Tabla 2.4** Propiedades mecánicas y composición química de algunas aleaciones de titanio con más uso en implantes dentales.

	<b>Resistencia a la tensión (MPa)</b>	<b>Límite elástico (MPa)</b>	<b>Composición química</b>
<b>Ti cp grado 1</b>	240	170	(cp-Ti: 0.2Fe, 0.18O, 0.08C, 0.03N)
<b>Ti cp grado 2</b>	345	275	(cp-Ti: 0.3Fe, 0.25O, 0.08C, 0.03N)
<b>Ti cp grado 3</b>	450	380	(cp-Ti: 0.3Fe, 0.35O, 0.08C, 0.05N)
<b>Ti cp grado 4</b>	550	483	(cp-Ti: 0.5Fe, 0.40O, 0.08C, 0.05N)
<b>Ti-6-4</b>	950	870-895	Ti-6Al-4V

Las aleaciones  $\alpha$  son las que presentan una estructura  $\alpha$  a temperatura ambiente. El efecto de los aleantes usados en estas aleaciones es generalmente el de producir un aumento en la temperatura de  $\beta$ -transus. El titanio comercialmente puro, se clasifica dentro de este grupo. Las aleaciones  $\beta$  son aquellas en la que la estructura a temperatura ambiente es fase  $\beta$ . El efecto del elemento aleante es estabilizar la fase  $\beta$  de la aleación a temperatura ambiente.

Las aleaciones  $\alpha+\beta$  son ampliamente utilizadas a nivel comercial en la industria médica debido a sus propiedades mecánicas, entre ellas la más importante: Ti-6Al-4V, cuya producción representa el 50% de la producción de aleaciones de titanio, cumple con excelentes características como material biocompatible. El aluminio con contenido al 6% aumenta la resistencia y disminuye su peso, el vanadio al 4% actúa como catalizador y evita la corrosión. Las propiedades de esta aleación se obtienen controlando el refinamiento de granos, mediante el enfriamiento desde la región beta o alfa-beta. El Ti-6Al-4V es la aleación de titanio de uso más común, cuánto mayor es el contenido de oxígeno, nitrógeno, aluminio o vanadio, mayor es la resistencia, sin embargo al disminuir el contenido de tales elementos aleantes, mayor es la tenacidad a la fractura, la ductilidad y resistencia a la corrosión. Se usa frecuentemente con estructura mil-annealed, la cual presenta una buena combinación de resistencia, tenacidad, ductilidad y resistencia a la fatiga. El límite elástico mínimo varía desde 760MPa, dependiendo del proceso, tratamiento térmico y composición química del material.

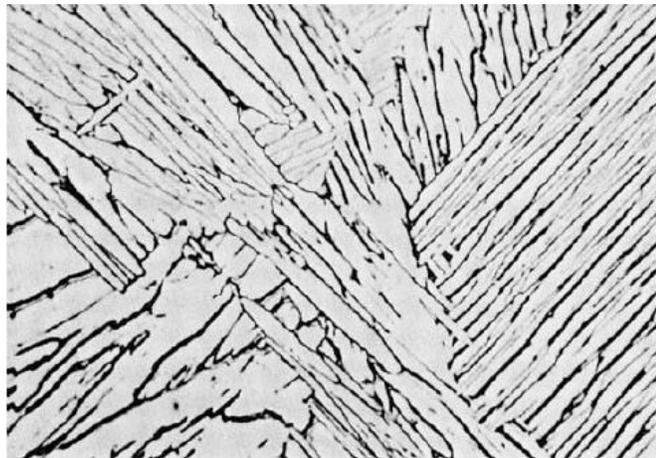
Al enfriar lentamente desde temperaturas donde todo el material está en fase beta, se genera una estructura laminar de placas alfa, de Windmanstätten, con una mayor tenacidad a la fractura, mayor resistencia a la corrosión y una menor velocidad de propagación de grieta. Como aleación alfa-beta, el Ti-6Al-4V

puede presentar diferentes composiciones de fases de alfa y beta, dependiendo del tratamiento térmico y del contenido en elementos intersticiales [19].

Esta aleación puede adquirir gran variedad de microestructuras, según el tratamiento termomecánico empleado. Las microestructuras se pueden clasificar en varias categorías, destacando la equiaxial, la bimodal, la laminar y la martensítica, a continuación describiremos las laminares y equiaxiales.

#### Microestructuras laminares

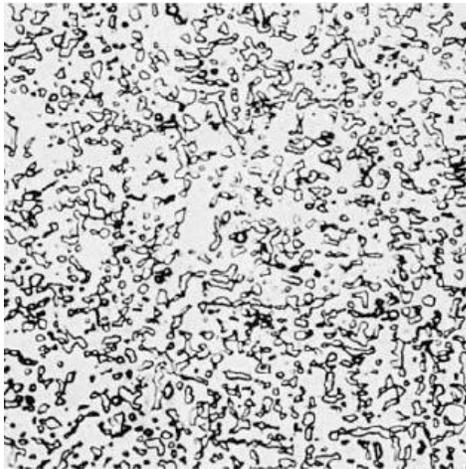
Cuando esta aleación es enfriada lentamente desde la región beta, alfa comienza a formarse debajo de beta transus, cerca de los 980° C, produciéndose un crecimiento de la fase alfa en forma de láminas. La estructura resultante se compone de gruesas placas de fase alfa y finas placas de fase beta, que unidas forman paquetes o colonias. Esta estructura es llamada Widmanstätten.



**Figura 2.2** Microestructura laminar de Ti-6Al-4V tipo Widmanstätten [20]

#### Microestructuras equiaxiales

Las estructuras equiaxiales se obtienen tras trabajar mecánicamente el material en el rango de temperaturas de alfa-beta. Un recocido posterior a temperaturas menores a la temperatura de inicio de martensita (700° C) produce un microestructura formada por granos finos de beta en una matriz alfa, denominada mil-annealed [19] [20].



**Figura 2.3** Estructura mil-annealed con granos equiaxiales de  $\beta$  en una matriz de  $\alpha$ . 500x [19].

## 2.5 Titanio en uso biomédico

El destacado uso de las aleaciones de titanio como materiales ortopédicos dentales y en otro tipo de prótesis es debido a su alta resistencia mecánica, bajo módulo de elasticidad, excelente resistencia a la corrosión y biocompatibilidad. Las aplicaciones del titanio y sus aleaciones pueden ser clasificadas de acuerdo a sus funcionalidades biomédicas.

- Reemplazo de tejido duro

Los tejidos duros regularmente se dañan debido a accidentes, envejecimiento y otras causas. Es común en la práctica médica, sustituir el tejido dañado con prótesis artificiales. Dependiendo de las regiones en las cuales se inserta la prótesis, los requerimientos del biomaterial utilizado varían. Muchos de estos requerimientos los cumple el titanio y sus aleaciones, debido a esto son ampliamente utilizados como sustitutos de tejidos duros, articulaciones e implantes dentales. En la sustitución de tejidos duros, el bajo módulo de elasticidad es visto como una ventaja biomecánica ya que entre más pequeño sea el módulo de elasticidad menor será el efecto “stress shielding” (relajación de tensiones).

- Aplicaciones cardiovasculares

El titanio y sus aleaciones se utilizan en prótesis de válvulas del corazón y corazones artificiales, debido a sus propiedades únicas. En el caso de corazones artificiales no han tenido éxito clínico por problemas de coagulación de la sangre en la superficie del dispositivo. Por lo tanto es importante mejorar las propiedades antitrombogénicas de los implantes de titanio para aplicaciones cardiovasculares.

- Otras aplicaciones

Además de huesos artificiales, reemplazo de articulaciones e implantes dentales el titanio y sus aleaciones son usados frecuentemente en la osteosíntesis, con ello me refiero al uso de dispositivos metálicos para la fijación de huesos que se hayan fracturado. Los implantes más comúnmente usados son: tornillos, placas e implantes maxilofaciales.

## **2.6 Implantes dentales**

Los implantes dentales son sustitutos artificiales de dientes perdidos, el uso de estos dispositivos tiene como objetivo mantener o mejorar la calidad del vida del paciente. El logro de este objetivo requiere la restitución o alteración de la estructura dental. Por ésta razón, durante siglos el principal desafío ha sido desarrollar y seleccionar materiales protésicos que tengan éxito clínico a largo plazo.

### **2.6.1 Historia**

Se cree que la odontología como especialidad tuvo su origen aproximadamente en el año 3000 a. C. Después del 2500 a. C., los fenicios utilizaban bandas y alambres de oro. Alrededor del año 700 a. C. los etruscos tallaban marfil o hueso para construir prótesis parciales de dientes que se ajustaban a los dientes naturales por medio de bandas o alambres de oro. Las bandas de oro se empleaban para colocar los dientes extraídos en el lugar de las piezas dentales que faltaban. A pesar de que las inscripciones en las lápidas egipcias

indican que los dentistas eran considerados como especialistas médicos, no se conoce que hayan practicado la odontología restauradora. Sin embargo, algunos dientes hallados en momias egipcias, eran dientes humanos trasplantados o bien dientes tallados en marfil. La prueba documental más antigua sobre materiales de implantes dentales se atribuye a los etruscos y data del año 700 a. C. Alrededor del año 600 a. C. los mayas utilizaron implantes hechos de segmentos de conchas marinas que se aplicaban en los alvéolos dentarios anteriores; posteriormente, los aztecas empleaban incrustaciones de oro repujado, de piedra o de minerales con fines estéticos o como ornamentación tradicional [21].

Desde la antigüedad hasta el siglo XVIII las cavidades dentales han sido restituidas o reemplazadas por diversos materiales, entre ellos, trozos de piedra, marfil, dientes humanos, resina de trementina, corcho, goma y láminas de metal (plomo y estaño). Más recientemente se han utilizado otros materiales para la restauración dental, tales como cementos, cementos modificados con metal, resina sintética, compósitos y metales. Con los estudios hechos por Leventhal en 1951 y más tarde por Brånenmark en la década de los sesentas se comprobó el éxito funcional de los implantes de titanio. El zirconio es un material que representa una alternativa al uso del titanio en la implantología dental, tiene propiedades muy parecidas, como su resistencia a la corrosión y biocompatibilidad, aunque existen pocos estudios que fundamenten el éxito clínico de este material, muchos especialistas creen que su futuro es prometedor. En la actualidad el mayor porcentaje de implantes colocados son hechos de titanio y sus aleaciones, debido a que, en comparación con el zirconio el uso de este biomaterial es más económico, además que su funcionalidad está respaldada por muchos años de estudio. Sin embargo el zirconio representa nuevas alternativas odontológicas y da una pauta para nuevos estudios que aporten y mejoren las alternativas en prótesis dentales.

### **2.6.2 Tipos de implantes de titanio**

El uso del titanio en la implantología fue desarrollado por Brånenmark, quien insertó el primer implante dental en 1965. Los implantes dentales se clasifican de acuerdo a la posición en la que se colocan: subperiósticos, transóseos y endoóseos.

El implante subperióstico se indica para pacientes parcial o totalmente edéntulo, cuando no hay suficiente hueso para colocar implantes endoóseos y no se pueden utilizar injertos óseos sustitutivos sintéticos. El implante se fabrica a medida, tomada en la primera cirugía. Pueden ser útiles en casos de hueso muy deteriorado y cresta ósea muy afilada. Se pueden utilizar a nivel maxilar y mandibular.

Un implante transóseo es básicamente un implante endoóseo que se inserta quirúrgicamente en el hueso de la mandíbula, fueron diseñados para pacientes que no cuentan ningún diente, se necesitan al menos 8mm de grosor mandibular. Es fabricado a partir de materiales CoCr, titanio puro u oro. El implante transóseo tiene forma de "U", los tornillos (postes) penetran toda la mandíbula y se aseguran con un dispositivo similar a una tuerca y una placa de presión. En la actualidad no son muy utilizados debido a la gran cantidad de hueso que pierde.

Los implantes endoóseos se implantan quirúrgicamente en forma directa en los huesos maxilares. Una vez que el tejido circundante ha cicatrizado, se requiere de una segunda cirugía para conectar un poste sobre el implante original. Finalmente se coloca un diente artificial sobre el poste. Los dientes serán individuales o se estarán agrupados en un puente o prótesis. Éstos implantes se pueden usar en forma de tornillo, cilindro u hoja.

Los implantes tipo hoja son utilizados para rehabilitaciones de pacientes completa o parcialmente edéntulos a nivel maxilar o mandibular, usándose más

a menudo a nivel mandibular debido a al ancho del hueso. Suelen ser rectangulares, con estructura en rejilla, necesitando esperar a cargarlos de 3 a 4 meses. Su porcentaje de éxito es del 50% en 10 años.

Los implantes endoóseos con forma de raíz o cilíndrica son los habituales en la práctica clínica y pueden utilizarse en edentulismo total o parcial a nivel del arco maxilar o mandibular. Es necesario que exista suficiente hueso para que se mantenga en posición. Existen muchos tipos, basándose la clasificación en parámetros como su composición química, geometría, método quirúrgico o características de su superficie [23].

## **2.7 Diseño de implantes dentales**

El diseño de los implantes dentales ha sido modificado continuamente en los últimos años con el objetivo de adaptarse y mejorar nuevos procedimientos clínicos (carga inmediata o precoz, hueso de mala densidad).

En el sistema Brånemark, la forma clásica es un tornillo de titanio puro de 3.75 mm de diámetro, pero de longitud variable y de superficie rugosa. Tiene un abertura en su extremo apical para permitir que se forme hueso en su interior y autorroscable; su cabeza es hexagonal y es más ancha (4mm) pero con una rosca en el centro. A partir de este modelo aparecieron otros con algunas modificaciones, las cuales ampliaron el espectro de indicaciones. Hay implantes de 4mm de diámetro, que se usan cuando el convencional no queda inmobilizado por completo porque se labró mal el lecho óseo. Otros son explícitamente autorroscables, para zonas estrechas o de menor densidad, aunque los tradicionales también tienen esa característica y su costo es menor. También están los autorroscables con extremo cervical cónico que prevén la pérdida de hueso por vesticular y evitan así el contacto entre las roscas del metal y del tejido óseo. La ADA (American Dental Association) aceptó el sistema Brånemark en 1988. En la actualidad se puede asegurar 87.5% de éxito en el maxilar superior y 97.4% en mandíbula, la mayoría de los fracasos

se producen en el primer año, después prácticamente son aceptados satisfactoriamente por el tejido receptor.

Para aumentar la estabilidad se han diseñado geometrías que presentan cierta conicidad en el 1/3 cervical o el cuello del implante para compactar el hueso y evitar el uso de avellanados corticales que eliminan hueso (Ejemplos ST, Astra-Tech; Mk IV, Nobelbiocare; TSA, Impladent). Este cuerpo cónico que es una ventaja en los huesos de mala calidad no es de elección en huesos muy compactos ya que se ejercería una presión elevada que podría generar sobrecarga, isquemia y osteolisis, O'Sullivan y colaboradores [24], realizaron un estudio in vitro en hueso humano de cadáver para valorar un diseño cónico con doble espira (Mk IV, Nobelbiocare) comparado con dos diseños cilíndricos de paredes rectas (Osseotite, 3i; TiOblast, Astratech). Se observaron datos significativamente mayores tanto en el torque de inserción como en la medición de frecuencia de resonancia, para el implante cónico en comparación a los dos implantes cilíndricos.

El diseño cónico también ha permitido aumentar la estabilidad primaria para proceder a aplicar protocolos de carga precoz o inmediata. Payne y cols., realizaron un seguimiento de 1 año en 10 pacientes a los que se colocaron 2 implantes con diseño cónico en sector anterior mandibular (Implantes autorroscantes con cuello cónico transmucosos, Nobelbiocare) cargados inmediatamente de manera progresiva y rehabilitados sobre dentaduras retenidas por bolas a las 2 semanas. El índice de éxito fue del 100% observándose pérdidas de cresta ósea similares a las encontradas en los procedimientos de carga convencionales. También se han modificado el tamaño del perfil de rosca a lo largo del implante con el fin de que la fijación no sea igual de agresiva en toda su longitud sino que actúe como un osteotomo condensando el hueso. Hay diseños en el que el perfil de rosca es más pequeño en la zona cervical (Ejemplo: ST, Astra-Tech) y otros en el que es más pequeño en el ápice (Ejemplo: Replace, Nobelbiocare).

Otra modificación son los diseños con doble o triple espira que hace que aumente la distancia entre el paso de rosca que se ancla, con lo cual se elimina menos hueso, también reduce el tiempo de inserción de la fijación, así también el calor generado y aumenta el torque de inserción en huesos de baja densidad.

En general, un implante de titanio, de cualquier forma y dimensión, puede conseguir la oseointegración, siempre y cuando se establezca la estabilidad primaria por medio de una buena técnica quirúrgica que evite el trauma excesivo del tejido óseo y permita un ajuste preciso. Sin embargo, el diseño macroscópico del implante influye en la predicción de cómo se consigue la oseointegración y cómo se mantiene ésta a lo largo del tiempo, soportando cargas funcionales.

Los implantes de raíz de tipo roscado son los más usados en la implantología dental ya que según un estudio de Schenk [25] ofrecen dos ventajas principales:

1. Las roscas del implante mejoran la estabilidad primaria, la cual es fundamental para evitar micromovimientos indeseables del implante hasta que se consigue la oseointegración.
2. Las roscas del implante parecen tener un papel importante en la transferencia de cargas desde el implante hasta el hueso circundante.

El diámetro del implante, su longitud y paso de rosca influyen en la adhesión de tejido óseo en la superficie del implante. Todo ello permite que el cirujano se adapte a la situación clínica que se le presente.

## **2.8 Tratamientos superficiales sobre titanio**

Tanto el diseño del implante como la respuesta del tejido hacia la calidad superficial del implante juegan un papel muy importante en la investigación de este tipo de biomateriales. Sin embargo, en la actualidad los cambios superficiales en el implante son el objeto de estudio de numerosas publicaciones que buscan mejorar la respuesta biológica del tejido. A la fecha existen diversos tratamientos superficiales que otorgan al implante diferentes características que aunadas a las del titanio como su alta resistencia a la corrosión, a la toxicidad, a la fatiga y su módulo de elasticidad, proveen una mejora tanto en la respuesta biológica como en la estabilidad del implante a la carga inmediata.

En función de la propiedad superficial que principalmente modifican, podemos mencionar tres grupos de tratamientos: (1) Limpieza de la superficie o eliminación de la capa superficial nativa, (2) La modificación de la estructura y la topografía (lisa, rugosa, porosa), (3) La modificación de la composición y la estructura de la capa de óxido o la formación controlada de un nuevo recubrimiento en la superficie, en la mayoría de los casos, otorgándole un carácter bioactivo al implante. El aumento de la velocidad en la formación de hueso a lo largo de la superficie del implante es uno de los factores que se busca mejorar en los implantes endoóseos en la actualidad. Las modificaciones superficiales en implantes, tales como el ataque ácido o en combinación con sandblast [26, 27] y los recubrimientos con fosfatos cálcicos formados directamente mediante plasma spraying [28], deposición química (vía sol-gel) [29], oxidación anódica [30] o precipitando a partir de soluciones alcalinas y tratadas mediante tratamiento térmicos [1, 31] son objeto de estudio, como caminos para obtener una mayor osteoconductividad. Cada una de las modificaciones superficiales mencionadas anteriormente, busca aumentar la velocidad de oseointegración entre implante-hueso, así también buscan obtener superficies que, como resultado de composición química pueden permitir el

acomodo preferencial de moléculas bioactivas que participan en la adhesión preferencial de osteoblastos, acelerando de esta manera la formación de hueso. Existen diversas técnicas de modificación superficial, sin embargo, el efecto de la química y la topografía en la oseointegración de implantes dentales sigue siendo un poco confuso. Además los estudios clínicos comparativos con diferentes técnicas de superficie se realizan con poca frecuencia, siendo uno de los objetivos de esta tesis de maestría. Como ejemplo de la complejidad y alternativas disponibles se estima que los dentistas pueden escoger de entre más de 1300 tipos de implantes que varían en forma, material, dimensiones, propiedades superficiales y geometría [32].

**Tabla 2.5** Superficies usadas por seis de los sistemas más comercializados de implantes dentales.

<b>Nobel Biocare/Brånemark</b>	<b>TiUnite</b>	La superficie TiUnite se usa en implantes del sistema Brånemark, esta superficie es fabricada mediante anodizado, utilizando electrolitos no revelados.
<b>Straumann</b>	SLA y TPS	Estos dos tipos de superficie han sido aplicados en los implantes ITI de Straumann, siendo el TPS el que se aplicó por primera vez a tales implantes, este tratamiento se basa en el rociado termal de titanio en la superficie del implante; mientras que en el caso de SLA es una superficie combinado por dos tratamientos: sandblast y ataque ácido por medio de los cuales se obtienen superficies rugosas.
<b>Osseotite</b>	3i	La superficie de los implantes Osseotite es tratado mediante un procedimiento de grabado ácido dual, utilizando una combinación de HF Y H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , la parte superior del implante se deja maquinada para evitar infecciones.
<b>Dentsply</b>	Core-Vent, Screw-Vent, Micro-Vent, Bio-Vent y Frialit-2	La superficie Core-Vent es una superficie sandblastada. Screw-Vent también tiene este tratamiento pero con nuevo diseño de implante. Micro.Vent fue el primer implante comercializado con recubrimiento de HA. Bio-Vent es un implante en forma de cilindro con recubrimiento de HA. Frialit-2 tiene una superficie sanblastada y grabada con ácido.
<b>Astratech</b>	TiOblast	Es una superficie sandblastada con TiO <sub>2</sub> .
<b>Intramobile Zylinder</b>	IMZ	La superficie de estos implantes está recubierta con titanio pulverizado o HA depositada mediante la técnica de "plasma sprayed".

**Tabla 2.6 Estudios sobre superficies de titanio con aplicaciones dentales.**

Autor	Año	Estudios sobre tratamientos superficiales en implantes dentales de titanio
Xiaolong Zhu, Kyo-Han Kim [45]	2000	Oxidación anódica de películas de óxido de titanio usando como electrolito glicero-fosfato de calcio (Ca-GP)
J.M. Fernández, P. Serra [69]	2001	Deposición de pseudowollastonita mediante láser NdYAG.
N. Moritz, M. Jokinen [70]	2002	En este estudio se recubrieron muestras de titanio puro con TiO <sub>2</sub> mediante la técnica sol-gel y fueron densificadas con ayuda de laser de CO <sub>2</sub> .
G. Peto, A. Karacs [71]	2002	Tratamiento de superficie en implantes de titanio granalladas con Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y descontaminadas por medio láser
Xuanyong Liua, Chuanxian Ding [61]	2003	Obtención de capas de wollastonita/TiO <sub>2</sub> mediante la técnica de "plasma sprayed"
Long-Hao Li, Young-Min Konga [72]	2003	Oxidación de muestras de titanio e incorporación de Ca y P
Cheung-Yeoul Park, Myung-Duck Kim [73]	2005	Tratamiento de la implantes de titanio puro por medio de laser NdYAG y CO <sub>2</sub> a diferentes energías como limpieza de superficies para reducir problemas de infecciones y a la vez aumentar oseointegración.
José M. Martínez González, Francisco García Sabán [74]	2005	Estudio en el que se evalúa la oseointegración de superficies modificadas mediante ataque ácido usando como reactivo una combinación de HF y HNO <sub>3</sub>
Seung-Han Oh, Rita R. Finones [75]	2005	Tratamiento de superficie en cual se hace crecer capas de HA mediante anodizado con la incorporación de nanotubos de TiO <sub>2</sub>
Juanli Guoa, Ricardo J. Padilla [27]	2007	Superficies tratadas mediante granallado de TiO <sub>2</sub> y grabado ácido mediante HF.
Amr S. Fawzya, Mohammed A. Amerb [76]	2008	Evaluación de superficie granallada seguido de un tratamiento bioactivo por medio de NaOH y tratamiento térmico
Smriti Sharma, Vivek P. Soni [62]	2009	Recubrimiento depositado mediante deposición electroforética de wollastonita/apatita reforzada con quitosán.
M. L Vera, M. R. Rosenberg [77]	2010	Obtención de recubrimientos de titanio mediante oxidación anódica y tratamientos térmicos.
Conrado Aparicio, Alejandro Padrós [78]	2010	(2Step) tratamiento basado en superficies bioactivas mediante granallado/ataque alcalino/tratamiento térmico.
F. Zuleta, P.A. Velásquez [57]	2010	Deposición de capas de pseudowollastonita mediante ablación láser

Otra clasificación posible y también muy útil para la descripción de los distintos tratamientos, es la que toma como base el carácter fisicoquímico fundamental del tratamiento empleado:

1. Métodos físicos o mecánicos: desbaste, pulido y sandblast
2. Métodos químicos: Ataque ácido, ataque alcalino, pasivado, anodizado, electropulido.
3. Métodos al vacío: descarga lumínica, descarga eléctrica, implantación iónica.
4. Métodos de recubrimiento: proyección por plasma, sol-gel, ablación láser
5. Métodos bioquímicos: enlace de iones y/o moléculas activas por adsorción fisicoquímica, por enlace covalente con o sin espaciador, y por inclusión de materiales que actúan de portadores.

### 2.8.1 Métodos físicos

Los métodos físicos involucran la aplicación de fuerzas físicas para modificar las características superficiales, entre los métodos de modificación superficial

se encuentran el desbaste, pulido [34, 35] y sandblast [36, 37] éstos implican la remoción de material externo confiriéndole rugosidad a la superficie, teniendo como objetivo mayor contacto implante-hueso.

Los parámetros de rugosidad para superficies que han sido pulidas así como para superficies desbastadas varían de 0.1 a 1  $\mu\text{m}$ . El proceso de sandblast consiste en impactar la superficie del material con partículas abrasivas, los materiales que por lo general se utilizan para esto son: el óxido de aluminio, carburo de silicio, óxido de zirconio y dióxido titanio. Los factores que afectan la calidad superficial del implante es el material de las partículas de proyección, el ángulo de proyección y el tamaño de partículas utilizadas. Los valores de rugosidad pueden variar de 0.5- 1.5  $\mu\text{m}$  [33] o de 2-6  $\mu\text{m}$  [36].

### **2.8.2 Métodos químicos**

Los métodos químicos se basan en reacciones químicas que ocurren en la interface entre el material, en este caso el titanio y una solución la cual produce modificaciones en la composición química, estructura y estequiometría de los materiales nativos de la superficie. A continuación nombraremos algunos de los métodos químicos más utilizados que han dado buenos resultados en estudios donde se utilizaron.

#### **2.8.2.1 Ataque ácido y alcalino**

El ataque ácido sobre materiales metálicos se realiza mediante la inmersión de dichos materiales en ácidos que pueden variar ( $\text{HF}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$  Y  $\text{HCl}$ ) dependiendo de la calidad superficial que se quiera obtener; en ocasiones éstos ácidos se pueden combinar [38]. Dependiendo de las soluciones químicas este tipo de ataques pueden dar diferentes topografías al material como por ejemplo una capa protectora de pasivado o mediante el ataque alcalino que se puede realizar con  $\text{NaOH}$ , puede conferir al material una capa bioactiva.

La capa pasiva de óxido de titanio que se forma sobre el metal es muy estable. Sin embargo, esta capa de  $\text{TiO}_2$  puede reaccionar con una solución básica de  $\text{NaOH}$  (en un ataque alcalino) y formar un gel de titanato de sodio, el cual se puede estabilizar, por medio de un tratamiento térmico adecuado, como una capa de titanato de sodio parcialmente cristalizado. Una vez formada esta capa de titanato de sodio, se espera que “in vitro” e “in vivo” se recubra de abundantes grupos  $\text{Ti-OH}$  por medio del intercambio de los iones de  $\text{Na}^+$  que alberga con iones  $\text{H}_3\text{O}^+$  procedentes del SBF o de los fluidos corporales respectivamente.

#### 2.8.2.2 Métodos electroquímicos

Un método electroquímico muy utilizado en el tratamiento de superficies de titanio es el anodizado, éste se basa en la modificación de la estructura y propiedades químicas de las películas anódicas de titanio controlando los parámetros electroquímicos, como el electrolito utilizado (En dicho electrolito se usan ácidos como  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$  y  $\text{HNO}_3$ ), la composición de la concentración, potencial aplicado, temperatura, entre otros [39-42]. El objetivo de la anodización es hacer crecer la capa de óxido nativa que va de 5-10nm hasta  $40\mu\text{m}$  [43,44]. Algunos estudios han depositado capas de fosfato cálcicos mediante oxidación anódica [45, 46].

#### 2.8.3 Métodos de recubrimiento

Entre ellos se encuentra: proyección por plasma, sol-gel, “magnetron sputtering” y ablación láser; entre los materiales depositados se encuentran: materiales metálicos (Ti), compuestos cerámicos ( $\text{CaSiO}_3$ , HA siendo la segunda el material usado con más frecuencia). El láser además de ser usado para depositar material también es utilizado para fundir capas de material que recubren la superficie del material donde se depositaron [76].

#### **2.8.4 Métodos bioquímicos**

El objetivo principal de éste tipo de métodos es la bioactividad, mediante la interacción selectiva con las proteínas. Se da a través de iones y moléculas activas por adsorción fisicoquímica, por enlace covalente con o sin espaciador y por inclusión en materiales que actúan de portadores. La tercera es el más recomendada ya que en ella se tiene control de la cantidad de material bioactivo depositado en la superficie del implante mediante los materiales portadores.

#### **2.9 Cerámicos usados en aplicaciones biomédicas**

Los cerámicos considerados en bioaplicaciones son comúnmente llamados biocerámicos [47]. Han sido utilizados en varias disciplinas médicas como ortopedia y cirugía de columna, en odontología se utilizan más de veinte años en implantología para recubrimiento de superficie de implantes oseointegrados y regeneración tisular. Los beneficios de los biocerámicos en aplicaciones biomédicas se deben a su fuerza, biocompatibilidad y resistencia al desgaste. De acuerdo al tipo de biocerámicos utilizados en cierta región del cuerpo y su interacción con el tejido se pueden clasificar en: bioinertes, bioactivos y los cerámicos bioactivos pueden ser categorizados en reabsorbible o no reabsorbibles.

Entre los materiales usados se incluyen: materiales policristalinos, vidrios biológicos, vitro-cerámicos biológicos, materiales cerámicos porosos, todos estos pueden ser fabricados en forma porosa o densa, también en forma de gránulos o polvo [48]. Cerámicos bioinertes con la alúmina y el zirconio mantienen sus propiedades físicas y mecánicas en un ambiente biológico. La zirconia tiene mayor resistencia, se puede usar en el reemplazo total de cadera, así como en implantes dentales. La alúmina es una cerámica tipo bioinerte, formándose una capa de tejido fibroso aceptable cuando el implante se fija firmemente y está sometido a compresión (implantes dentales). Los biocerámicos porosos se usan en aplicaciones donde el soporte de la carga no es el principal requisito debido a la reducida resistencia. Los biocerámicos

bioactivos inducen una unión biológica en la interface entre el material y el tejido, ejemplos de estos materiales son: Bioglass® y Cervital® su principal aplicación es como recubrimientos de metales. Los biocerámicos tal como el fosfato tricálcico (TCP) y fosfato cálcico se degradan tras la implantación en un sistema biológico y por lo tanto se considera biodegradable o reabsorbible [47].

A continuación mostraremos una breve descripción de algunos biocerámicos usados comúnmente como recubrimientos sobre implantes dentales dando énfasis en los utilizados en el presente proyecto.

### **2.9.1 Fosfatos cálcicos**

Como se mencionó en el apartado del hueso, el componente mineral de hueso es un fosfato cálcico. Hay un familia de fosfatos cálcicos, las propiedades de cada componente puede ser caracterizada de acuerdo a la proporción de iones calcio y fósforo en su estructura. Uno de los fosfatos cálcicos usualmente utilizado es la HA (Hydroxiapatita) y esto es debido a la similitud química con el componente inorgánico del hueso. HA con fórmula química  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , tiene alta estabilidad en medio acuosos que otros cerámicos fosfatados dentro de un rango de pH en 4.2- 8.0 [48]. El método más ampliamente usado para la elaboración de hidroxiapatita porosa es mediante la mezcla de polvos de hidroxiapatita con polvos poliméricos, para luego sinterizar y obtener porosidad al evaporar el polímero [49, 50]. El fosfato tricálcico (TCP por sus siglas en inglés) es un biocerámico biodegradable con fórmula química  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  el TCP disuelto en medio fisiológico puede ser reemplazado por hueso mediante la implantación. Es conocido en 2 fases,  $\alpha$ - y  $\beta$ -whitlockite ( $\alpha$ - y  $\beta$ -TCP), dependiendo de la temperatura y la presión parcial del agua.  $\beta$ -TCP es difícil de sinterizar, muestra pobres resistencia mecánica y baja resistencia a propagación de grietas para aplicaciones ortopédicas debido a la transformación de  $\beta$ - a  $\alpha$ -TCP [51]. En todas las etapas de desarrollo de hueso, una amplia variedad de fosfatos de calcio están presentes [52].

$\beta$ -TCP reacciona fácilmente con agua para dar lugar a una sustancia cristalográficamente idéntica a la hidroxiapatita, ocurriendo también con los fosfatos de calcio con relaciones Ca/P de 1:1 y 2:1, dando como resultado del tiempo una superficie de estructura apatítica, solo diferenciándose en la solubilidad y velocidad de disolución en los fluidos biológicos [52, 53]. Todos los compuestos de fosfatos de calcio son biocompatibles y bioactivos. Las sales de mayor interés para manufactura de prótesis, en términos cristalográficos son la apatita y whitlockite ( $\beta$ -TCP) [52].

La estructura cristalina de la HA cálcica puede acomodar diferentes elementos sustitucionales de iones  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$  y  $\text{OH}^-$ . Las Sustituciones iónicas pueden afectar los parámetros de red, morfología, cristalinidad y solubilidad térmica de la HA. Las sustituciones catiónica suceden normalmente en los sitios ocupados por los átomos de calcio e incluye sodio, magnesio, potasio, estroncio y manganeso. La diferencia de valencia causada por la sustitución requiere una reducción en la carga aniónica para mantener el balance de carga.

Las sustituciones aniónicas pueden ocurrir en el fosfato o en la posición del hidroxilo, la fluorapatita o cloroapatita son ejemplos de HA aniónicamente sustituida, muestran una similar estructura de HA, pero los iones de  $\text{F}^-$  y el  $\text{Cl}^-$  sustituyen al  $\text{OH}^-$  [48].

Al considerar la compatibilidad con el hueso, tanto apatita como  $\beta$ -TCP son similares, pero la literatura sugiere un comportamiento diferente de  $\beta$ -TCP en términos de degradación, pues bajo ciertas condiciones esta tiene una mayor velocidad de reabsorción que la apatita. Sin embargo parece que la máxima osteointegración y resistencia de la interface hueso-cerámica es obtenida por mezcla de hidroxiapatita conteniendo una mezcla de hidroxiapatita con 7% de  $\beta$ -TCP. La fluorapatita ( $2\text{Ca}_5(\text{PO}_4)\text{F}$ ), es un compuesto encontrado en la naturaleza que es muy estable. El término "apatita" es usado algunas veces de manera incorrecta para denotar las clases de hidroxiapatitas en lugar de la hidroxiapatita cálcica o incluso se aplica para denotaciones comerciales. Para la verdadera definición de apatitas como una clase de compuesto químico se representara con la formula  $\text{X}_5\text{B}_3\text{A}$  (o incluso  $\text{X}_{10}\text{B}_6\text{A}_2$  si esta representación es

más conveniente) donde X es un catión bivalente (generalmente alcalino-terreo), B es el grupo  $\text{PO}_4^{3-}$  parcialmente reemplazado por  $\text{CO}_3^{2-}$  y A que es un sustituto aniónico ( $\text{OH}^-$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{Cl}^-$  y  $\frac{1}{2}\text{CO}_3^{2-}$ ) [52].

### **2.9.2 Wollastonita**

Con un contenido teórico de 48.25% de CaO y 51.75% de  $\text{SiO}_2$ , es un mineral blanco con estructura de cadena que existe en 2 modificaciones,  $\alpha\text{-CaSiO}_3$  (pseudowollastonita) y  $\beta\text{-CaSiO}_3$  (propriadamente wollastonita). La primera cristaliza en una estructura pseudo-hexagonal, mientras la segunda tiene una estructura triclínica. Su punto de fusión es  $1540^\circ\text{C}$  y a una temperatura de  $1125^\circ\text{C}$ , la wollastonita es transformada de manera irreversible en pseudowollastonita, con un insignificante cambio en el volumen. La dureza Mohs es 4.5-6. El coeficiente de expansión térmica lineal de  $\alpha$ -wollastonita es  $2.87 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , y de  $\beta$ -wollastonita es  $6.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Los cristales de wollastonita tienen una estructura acicular, pero algunas veces se encuentran cristales en forma de filamentos y tabletas. La wollastonita mineral puede venir con impurezas como cuarzo, calcita, alúmina,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , CaO,  $\text{Na}_2\text{O}$  y  $\text{H}_2\text{O}$ , que le confieren diversas propiedades de interés. Su uso en la industria cerámica decrementa el encogimiento durante el secado y el quemado, incrementa la resistencias de los productos, decrementa la temperatura de sinterizado y la temperatura de la formación de fases vítreas, y da a los cerámicos buenas propiedades dieléctricas y vidriados de alta calidad.

Diversos estudios muestran que la wollastonita no tiene efectos dañinos en la salud, considerándose también a la pseudowollastonita, donde se comprueba que no tiene efectos citotóxicos [54, 55]. Otra aplicación posible de la wollastonita es como biomaterial dada su buena bioactividad y biocompatibilidad, por lo que desde la década de 1990 se ha estudiado la wollastonita cerámica ( $\text{CaSiO}_3$ ) como un material para hueso artificial y raíces dentales [56]. Se ha sintetizado vidrio-cerámico de  $\beta$ -wollastonita a partir de desperdicio de vidrio automotriz y conchas marinas por medio de diferentes tratamientos térmicos. A medida que se elevaron las temperaturas de

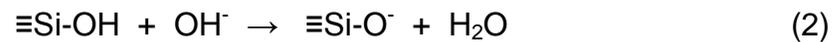
tratamientos de 850-1050°C, se elevaba la cristalinidad de las muestras así como las resistencias a la flexión [60].

Ya ha sido reportado que la formación de apatita sobre  $\text{CaSiO}_3$  es más rápida que sobre otros materiales como biovidrios o vitro cerámicos inmersos en SBF [57]. La composición de la wollastonita es similar a la de vidrios de silicatos de calcio, por lo que el mecanismo de la formación de apatita sobre su superficie puede ser explicada en forma similar. El mecanismo de la formación de apatita sobre wollastonita en SBF puede ser interpretado como sigue [56].

Cuando el recubrimiento de wollastonita es sumergido en SBF, iones de calcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ) del recubrimiento se intercambian con iones  $\text{H}^+$  de la solución formando silanol ( $\equiv\text{Si-OH}$ ) en la superficie.



Después se eleva el pH y se produce una superficie cargada negativamente con el grupo funcional ( $\equiv\text{Si-O}^-$ ) como sigue



Los cationes de calcio en la solución SBF son inicialmente atraídos a la interface entre el recubrimiento y la solución. Cuando el producto de actividad iónica (Ionic activity Product, IP) de la apatita es más alto en la interfase que en la solución SBF, se precipita apatita sobre la superficie del implante, ocurriendo crecimiento espontaneo al tiempo que se consumen los iones de calcio y fosfato de los alrededores.

Se han elaborado recubrimientos de wollastonita sobre Ti-6Al-4V por medio de esparado con plasma obteniéndose muy buena adherencia del recubrimiento con el sustrato inclusive después de tratamientos térmicos [58]. Así también se han adherido capas de Wollastonita en superficies metálicas por medio de electroforesis usando un voltaje de 800V logrando buena adherencia, las

muestras fueron sumergidas en SBF durante 21 días, mostrando alta bioactividad a través de la formación de una capa de apatita homogénea [59].

En un estudio realizado se mezclaron wollastonita y  $\text{TiO}_2$  en muestras de Ti-6Al-4V con el objetivo de combinar las propiedades anticorrosivas del  $\text{TiO}_2$  además de su resistencia mecánica con la biocompatibilidad y alta bioactividad de la Wollastonita. Las combinaciones se hicieron de 70% de wollastonita y 30% de  $\text{TiO}_2$  mientras que para otro lote de muestras se invirtieron las cantidades siendo para la wollastonita de 30% y para el  $\text{TiO}_2$  de 70%. Las muestras fueron sumergidas en SBF a 7 y 14 días, exhibiendo la muestra de 70% de Wollastonita y 30% de  $\text{TiO}_2$  una capa de hidroxiapatita carbonatada, además de la proliferación de osteoblastos. Demostrando así, la alta bioactividad de la wollastonita [61].

Existen diversos métodos para depositar capas de material bioactivo en superficies metálicas como lo mencionamos anteriormente uno de los más utilizados en el "plasma sprayed" sin embargo el alto costo de este método y la inadecuada adhesión de sus recubrimientos conllevan al uso de otras técnicas. Por ejemplo en un estudio realizado por Sharma y Col. [62] se encontró que por medio de electroforesis usando una densidad de corriente de  $3\text{mA}/\text{cm}^2$  y un pH de 1.6, se pudieron depositar capas de wollastonita/apatita reforzados con quitosan siendo este último utilizado para aumentar resistencia adhesiva, la capa depositada de material bioactivo fue inmersa en SBF durante 7, 14 y 21 días al cabo de este tiempo se confirmó la presencia de una densa capa homogénea de apatita en la superficie de las muestras de titanio.

Como se mencionó anteriormente la pseudowollastonita ha demostrado de acuerdo a diversos estudios bioactividad, formando una capa de apatita cuando es sumergida en SBF. En un estudio hecho por Zuleta y Col. [57], se depositaron capas de pseudowollastonita por medio de ablación láser en muestras de Ti-6Al-4V, utilizando un NdYAG en una cámara de vacío, las

muestras se colocaron a 4 cm de material a depositar. La deposición se llevó a cabo a una temperatura 550° C bajo una atmósfera de oxígeno y 10 Pa. El láser enfocó las muestras durante 1 hr, al cabo de este tiempo se obtuvieron capas de 16 µm de espesor. Las muestras fueron inmersas en una solución de saliva artificial durante cuatro semanas. Al cabo de un día en la solución, los recubrimientos mostraron una capa de hidroxiapatita carbonatada en su superficie, demostrando así la alta bioactividad de la pseudowollastonita.

Antes de cualquier uso clínico, todos los materiales deben ser esterilizados. Existen varios tratamientos de esterilización que se pueden usar, incluyendo irradiación gama y laser, limpieza por plasma, esterilización con vapor, tratamiento químico con óxido etileno y algunos detergentes [63, 64]. Experimentos previos han mostrado que la pseudowollastonita es bioactiva *in vitro* [65, 66], por lo que se esterilizaron muestras de pseudowollastonita mediante vapor en un autoclave, plasma de peróxido de hidrógeno, óxido etileno y esterilización con rayos gama. Por medio de espectroscopia RAMAN y DRX se demostró que no hay un cambio químico significativo con los procesos de esterilización.

Se caracterizaron muestras a 1 y 30 días de inmersión en SBF. Todas las muestras se cubrieron con partículas globulares pero la esterilizada con óxido etileno se dio de manera parcial. Se analizaron las partículas y su sustrato por análisis de DRX, demostrándose que las partículas globulares tienen una composición de calcio y fósforo, mientras donde no están presentes se compone de silicio y calcio.

A los 30 días las demás muestras esterilizadas estaban cubiertas por completo pero la esterilizada con óxido etileno no estaba cubierta completamente. La capa más gruesa se dio con la muestra no esterilizada y de las muestras esterilizadas, la de mayor grosor a los 30 días fue la esterilizada con plasma de peróxido de hidrógeno con aproximadamente 19.3 µm. A los 30 días de

inmersión, la muestra esterilizada con óxido etileno fue la de espesor más bajo, además de ser no uniforme, las otras tres tienen resultados que se diferencian por poco. Imágenes transversales vistas en MEB dieron a conocer que se dieron 2 capas sobre el sustrato de pseudowollastonita, una delgada rica en Si sobre el sustrato y la exterior compuesta de Ca y P de 19  $\mu\text{m}$  aproximadamente.

# CAPÍTULO 3

## Experimentación

---

En este capítulo se detallan las actividades llevadas a cabo en el presente proyecto. Como lo mencionamos anteriormente uno de los objetivos es disminuir el tiempo de oseointegración de los implantes tratados, para ello obtuvimos superficies rugosas y bioactivas mediante diversos tratamientos que combinan diversos métodos.

Al inicio se hizo un análisis del material de los implantes para comprobar las propiedades deseadas del mismo. Por consiguiente se iniciaron las pruebas de ataque ácido, las muestras fueron caracterizadas y se eligió la combinación de ácidos que dejaban en la superficie las características deseadas. Para generar superficies rugosas, se eligieron los parámetros del proceso de sanblast en las superficies y se caracterizaron las muestras comprobando el tamaño de poros deseado. Por consiguiente se realizaron pruebas de recubrimientos con  $\text{TiO}_2$  y wollastonita por separado, se fijaron los parámetros y se obtuvieron los recubrimientos, posteriormente se adhirieron a la superficie a través del uso de tratamiento térmico y láser respectivamente.

Al tener todos los implantes con superficies rugosas y recubiertas con material bioactivo, se procedió a limpiar y esterilizar las muestras para realizar el estudio “in vivo” en cerdos vietnamitas y evaluar la oseointegración mediante el torque de extracción.

### 3.1 Procedimiento experimental

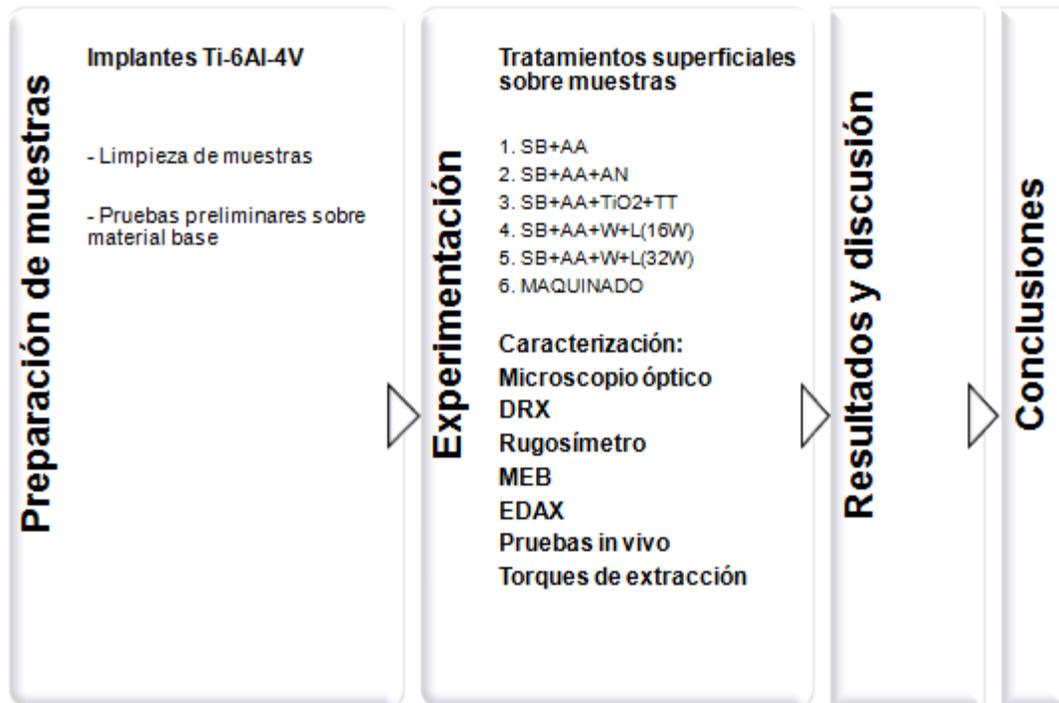


Tabla 3.1 Nomenclatura de implantes

<b><i>Nomenclatura implantes</i></b>	<b><i>Condición</i></b>
<b>1</b>	Sandblast + Ataque ácido
<b>2</b>	Sandblast + Ataque ácido + anodizado
<b>3</b>	Sandblast + Ataque ácido + TiO <sub>2</sub> + tratamiento térmico
<b>4</b>	Sandblast + Ataque ácido + Wt + láser (16W)
<b>5</b>	Sandblast + Ataque ácido + Wt + láser (32W)
<b>6</b>	Maquinado (Control)

### 3.2 Caracterización de material base Ti-6Al-4V

El material base a partir de cual se realizaron las pruebas de rugosidad y recubrimientos ha sido la aleación de titanio Ti-6Al-4V. Los discos se han obtenido a partir de barras del material antes dicho, usando una cortadora automática. La composición y propiedades mecánicas se detallan en las tablas 3.1 y 3.2 respectivamente de acuerdo a la norma ASTM F-136-06.

**Tabla 3.2 Composición química según norma ASTM F136-06 para la aleación Ti-6Al-4V ELI.**

Elemento	% en peso (máximo)
Aluminio (Al)	5.5 - 6.5
Vanadio (V)	3.5 - 4.5
Carbono (C)	<0.08
Hierro (Fe)	<0.25
Oxígeno (O)	<0.13
Nitrógeno (N)	<0.05
Hidrógeno (H)	<0.012
Titanio (T)	Balance

**Tabla 3.3 Propiedades mecánicas según norma ASTM F136-06 para los productos en barra de Ti-6Al-4V para aplicaciones biomédicas.**

	Ti-6Al-4V ELI
Resistencia a la tensión mín (MPa)	860
Resistencia a la cedencia 0.2% mín.(MPa)	795
Elongación en 4D, mín. (%)	10

Para estudiar la microestructura del material Ti-6Al-4V se procedió a preparar muestras metalográficas. Al término del montaje y pulido de muestras, se realizó un ataque químico usando el reactivo Kroll para revelar microestructura, finalmente se sometieron a pruebas de dureza en un Microdurómetro Vickers Shimadzu HVM (figura 3.1) utilizando como parámetros 4.903N por 15 s.



**Figura 3.1** Microdurómetro Vickers Shimadzu

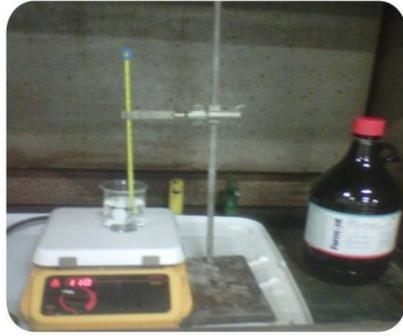
### **3.3 Métodos**

En el presente apartado describiremos los pasos que se siguieron en la modificación superficial de las muestras, esto incluye la limpieza, así como las pruebas preliminares a la obtención de las superficies seleccionadas.

#### **3.3.1 Limpieza**

Antes de llevarse a cabo los tratamientos superficiales las muestras siguieron un procedimiento de limpieza siguiendo la norma de la ASTM B 600 – 91 [83].

1. Las muestras fueron sumergidas en acetona y puestas en ultrasonido durante 5 minutos, pasado este tiempo se repitió el procedimiento con agua destilada.
2. Siguiendo la norma, las muestras fueron sumergidas en una solución de  $\text{HNO}_3$  y HF a una temperatura de 49 °C durante 2 segundos.
3. Por último se eliminaron restos de la solución de ácidos colocándolas en acetona y después en agua destilada.



**Figura 3.2** Proceso de limpieza de muestras.













### 3.4 Caracterización de materiales y muestras

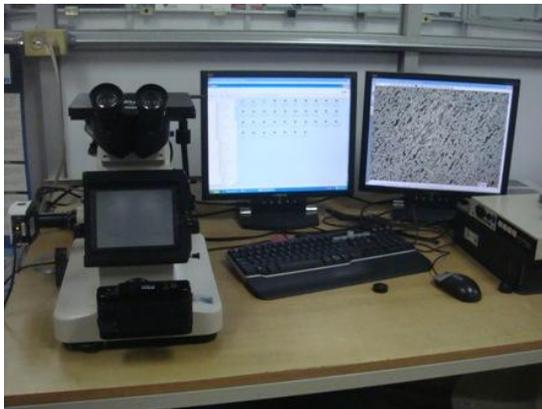
La caracterización de los materiales utilizados en el proyecto y las muestras con tratamientos se realizó mediante diversos equipos en la UANL, utilizando diversas técnicas entre ellas: microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, perfilometría de contacto y punta láser, espectrómetro, energía dispersiva de rayos X, entre otros. A continuación se describe la técnica utilizada para la caracterización de los materiales y de las superficies obtenidas por los diferentes métodos.

La selección de los métodos de caracterización se ha hecho, en función de la disponibilidad de técnicas de medida, así también, aplicando el criterio básico de utilizar aquellos métodos que:

1. Pudieran ser normalizados para facilitar la comparación de resultados.
2. Permitieran una rápida obtención de resultados para que el método pudiera ser aceptado en la fabricación de implantes.
3. Se adaptaran al tipo de medidas que se iban a realizar teniendo en cuenta el material a ensayar, el rango y tipo de rugosidad obtenido.

#### 3.4.1 Microscopio óptico

Se realizó un análisis metalográfico del material Ti-6Al-4V con el que se maquinaron los implantes usados en el proyecto. La microestructura de la aleación a bajas magnificaciones, se analizó mediante el microscopio óptico de marca Nikon, modelo Epiphot adaptado con el software Clemex Vision (figura 3.7).



**Figura 3.7** Microscopio óptico usado en la experimentación

### **3.4.2 Espectrómetro de Chispa**

Para obtener la composición de la aleación a partir de la cual se fabricaron los implantes MAGEOTEC® utilizados a lo largo del proyecto, se utilizó un espectrómetro de emisión óptica por chispa marca SPECTRO modelo LAB S, ubicado en las instalaciones del laboratorio Fairchild, ubicado en la ciudad de Monterrey, Nuevo León, México.

### **3.4.3 Análisis químico de materiales para recubrimiento**

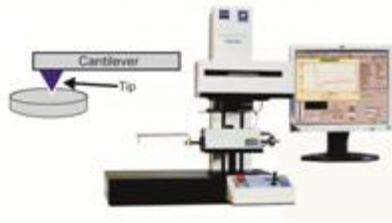
En la caracterización de los materiales utilizados para recubrir las muestras (wollastonita y  $TiO_2$ ), dada la importancia de la composición de dichos materiales en la respuesta biológica, se hizo mediante un análisis químico. Entre los equipos utilizados se encuentran un espectrómetro de absorción atómica Unicam 69, un espectrómetro de plasma de chispa inducida Ash Scam 16 atom y un espectrofotómetro de UV-Visible Beckman DU-70.

### **3.4.4 Difracción de Rayos X (DRX)**

Para conocer la situación cristalográfica del biocerámico utilizado, se recurrió al Posgrado de la Facultad de Ingeniería Química de la UANL para distinguir si el material se encontraba en estado cristalino, amorfo o una combinación. El equipo utilizado fue de la marca Siemens, modelo D-5000.

### **3.4.5 Perfilometría de contacto (rugosímetro)**

Dada la importancia de la rugosidad en las superficies de los implantes dentales, se determinó dicho valor en los tratamientos utilizados. En la actualidad las mediciones de rugosidad superficial con una punta palpadora, son las más utilizadas como método industrial. Hay muchos tipos disponibles comercialmente y ajustados a diferentes rangos y medidas. Uno de los equipos utilizados para la medida de rugosidad en las superficies de las muestras fue el rugosímetro Zeiss Sufcom 2000 (figura 3.8), ubicado en las instalaciones de CIIA de la UANL.



**Figura 3.8** Rugosímetro Zeiss Sufcom 2000.

### **3.4.6 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)**

Se utilizó el microscopio electrónico de barrido de la marca JEOL, modelo JSM-6510LV (figura 3.9), ubicado en el Posgrado de Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la UANL, para obtener imágenes de las superficies tratadas, wollastonita y  $\text{TiO}_2$ . Se obtuvieron imágenes en electrones retrodispersados y secundarios. Dado el origen no conductor de las muestras de wollastonita y  $\text{TiO}_2$  se recurrió al recubrimiento con oro con tiempos de 1-2.5 minutos.



**Figura 3.9** Equipo de MEB utilizado.

### **3.4.8 Energía Dispersiva de Rayos X (EDX)**

Acoplado al microscopio electrónico de barrido utilizado, se encuentra un analizador de energía dispersiva de rayos X (EDX). El cual se utilizó para la investigación de este proyecto, dando una idea de la composición de las muestras analizadas. La marca es EDAX y el software utilizado fue el EDAX GENESIS.

### 3.5 Cirugía experimental para estudio “in vivo”

La cirugía experimental fue aprobada por la Facultad de Medicina Veterinaria y Zootecnia de la Universidad Autónoma de Nuevo León, México; la misma se llevó a cabo en el Hospital Clínico Veterinario Guzmán Garza, siguiendo el protocolo de FELASA (Federation Laboratory Animal Science Associations). En la intervención participaron tres odontólogos dirigidos por la Dra. Belinda Beltrán, así mismo tres veterinarios dirigidos por el Dr. Mario Guzmán.

La principal razón por la cual se usaron cerdos para nuestro estudio se debe a la similitud entre el genoma humano y del cerdo, siendo esta similitud mayor que entre humano y ratón, por lo que son muy útiles para la investigación científica.

Se tomaron radiografías a los animales antes y después de la cirugía y se mantuvieron sin alimento desde la noche anterior a la cirugía. Fueron preanestesiados con xilazina y ketamina. Como anestesia se usó isoflurano.

Los implantes tratados fueron implantados en el fémur y el hocico de dos cerdos vietnamitas hembras de 7 meses de edad y con un peso de 21.5 y 18.6 kilos respectivamente.

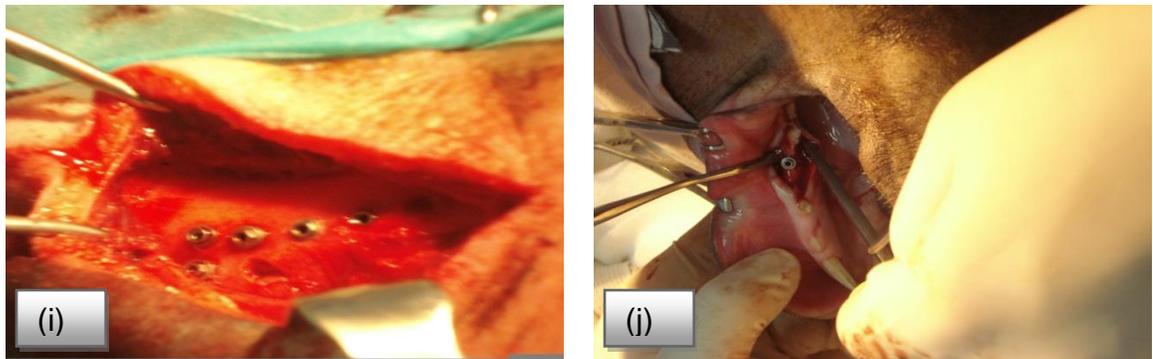
Como primer paso en la cirugía se realiza la guía para que cada implante se oriente, para ellos se utilizan fresas de diferente diámetro a una velocidad aproximada de 3000 rpm. Se colocaron un total de 33 implantes distribuidos en el fémur y hocico de cada animal, midiendo el torque de inserción aproximadamente de 20 N-cm para cada muestra.

Durante la cirugía se revisó continuamente la frecuencia cardíaca, profundidad de respiración y frecuencia respiratoria, las zonas de implantación eran hidratadas con solución salina. Después de la cirugía cada animal fue monitoreado sin presentar problema alguno en cuanto a infecciones, en la tabla 3.6 se muestran las áreas en las que fueron colocados los implantes, así como la condición superficial correspondiente a cada uno

Tras la cirugía se les administró amoxicilina para controlar posibles infecciones.

Transcurrido un mes se sacrificaron los animales, por consiguiente se procedió a retirar los implantes midiendo el torque de extracción.





**Figura 3.10.** (a) y (b) Zonas en las que los implantes fueron colocados, (c) cerdo vietnamita de 7 meses de edad, (d) implantes colocados en el fémur del cerdo 1, (e) torque de inserción medido en 20 N cm, (f) abordaje quirúrgico al cerdo 2, (g) y (h) implantes colocados en el cerdo 2, (i) zona de la mandíbula con implantes colocados, (j) zona del hocico en la que fue colocado uno de los implantes.

En la tabla 3.6 se detalla el total de implantes así como las zonas en las que se colocaron, el objetivo era un total de 36 sin embargo se descartaron 3 de ellos, debido a que la zona donde se pretendía implantar no era apta.

**Tabla 3.6** Diseño experimental de pruebas in vivo

	Área de implantación	Condiciones de superficie aplicadas					
		1	2	3	4	5	6
Cerdo 1	Fémur izquierdo	•	•	•	•	•	•
	Fémur derecho		•	•		•	•
	Mandíbula	•	•	•	•	•	•
Cerdo 2	Fémur izquierdo	•	•	•	•	•	•
	Fémur derecho	•	•	•	•	•	•
	Mandíbula	•	•	•		•	•

# CAPÍTULO 4

## Resultados y discusión

---

### 4.1 Caracterización de material base

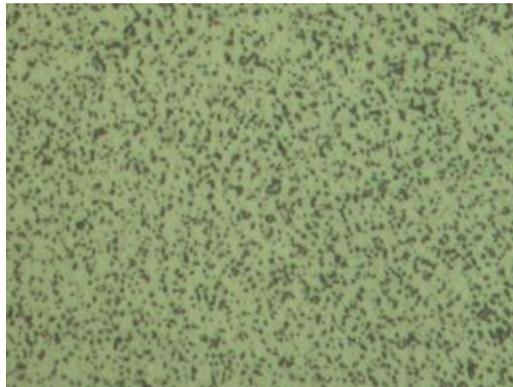
Como podemos observar en la tabla 4.1, la composición química corresponde a la de una aleación de Ti-6Al-4V. En este caso el material utilizado fue Ti-6Al-4V grado ELI, este grado es una aleación alfa-beta con límites inferiores especificados en hierro y elementos intersticiales de carbono y oxígeno.

**Tabla 4.1 Composición química de material base**

Elementos	Composición
%C	0.006
%Ti	89.70
%Al	6.220
%V	3.885
%Mn	0.010
%Fe	0.095
%Cr	0.003
%Mo	<0.001

Ti-6Al-4V ELI ha sido el material de elección en diversos estudios y aplicaciones médicas y dentales debido a su excelente biocompatibilidad. Además tolerancia superior a falla (tenacidad a la fractura y tasa de crecimiento de grietas por fatiga) y mejores propiedades mecánicas a temperaturas criogénicas en comparación con el estándar de Ti-6Al-4V.

#### 4.1.2 Microestructura de material base



**Figura 4.1.** Microestructura representativa de Ti-6Al-4V, correspondiente al material base (400x)

Después del análisis químico, se procedió a hacer metalografía al material base, en la imagen mostrada en la figura 4.1, podemos observar la microestructura típica de una aleación  $\alpha+\beta$ . En el caso de este tipo de microestructura para colocar la aleación en una condición maquinable se calienta a temperaturas de aproximadamente 730°C en el rango de  $\alpha+\beta$ , manteniéndose a esta temperatura alrededor de 4h, luego se deja enfriar en el horno a 25° C. Con este tratamiento llamado mil-annealed se produce una microestructura compuesta por granos equiaxiales de  $\beta$  en una matriz de  $\alpha$ .

#### 4.1.2 Microdureza

La dureza del material (tabla 4.2) se determinó por medio de 4 microindentaciones Vickers Shimadzu HVM, mencionado anteriormente. Los parámetros utilizados fueron de 4.903N por un tiempo de 15 s, sobre la sección transversal de la barra.

**Tabla 4.2 Valores de microdureza obtenidos**

Barra 1			
Identación	L1	L2	HV
1	55.73	53	314
2	53.86	52.75	326
3	55.04	53.14	317
4	53.14	52.04	326
Promedio			321

Muchos aspectos contribuyen al comportamiento mecánico de la aleación, uno de ellos es el tratamiento térmico utilizado, el método de enfriamiento, la fase presente desde donde se enfría el material, entre otros. Al revisar los valores obtenidos en las pruebas que realizamos, corroboramos que la aleación estudiada está dentro de los valores reportados en la literatura [79].

#### 4.1.3 Propiedades mecánicas

En la tabla 4.3 se detallan los valores de las propiedades mecánicas correspondientes a las muestras utilizadas de Ti-6Al-4V.

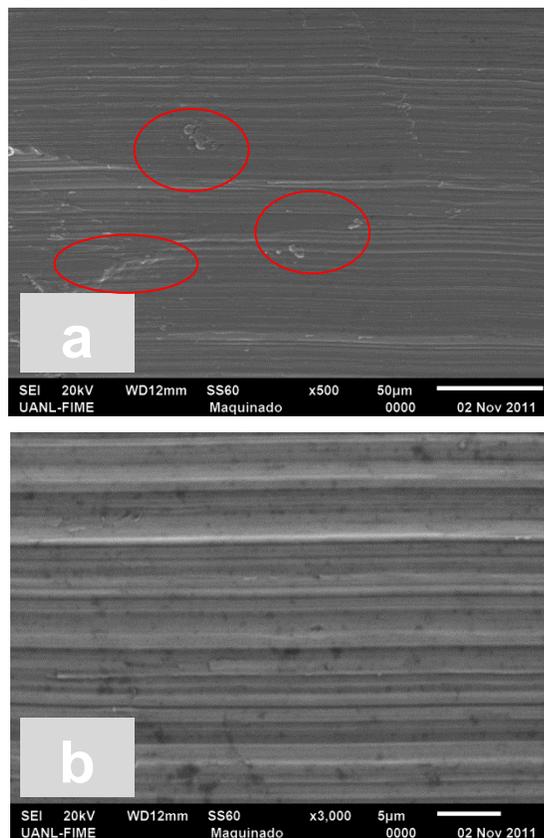
**Tabla 4.3 Propiedades mecánicas**

<b>Muestras</b>	<b>% Elongación</b>	<b>Resistencia a la tensión (MPa)</b>	<b>Resistencia a la cedencia (MPa)</b>	<b>Módulo elástico (GPa)</b>
<b>M1</b>	<b>12.5%</b>	<b>950</b>	<b>907</b>	<b>115</b>
<b>M2</b>	<b>12.3%</b>	<b>960</b>	<b>903</b>	<b>114</b>

## 4.2 MEB tratamientos superficiales aplicados

Una de las variables que influyen significativamente en el buen comportamiento de un implante dental, es su rugosidad superficial. Se han realizado estudios in vivo que demuestran que la rugosidad mejora la fijación del implante al hueso y por tanto tienen una mejor respuesta que los implantes lisos o maquinados. Los métodos de caracterización utilizados para evaluar dicha variable fueron MEB y rugosímetro.

El primer método de caracterización utilizado es MEB, el cual nos proporciona información cualitativa al dar una visión general de la superficie de la muestra: el rango y tamaño de microhuecos creados por la proyección de partículas, su uniformidad y la presencia de contaminantes. En la figura 4.2 (a, b) observamos la superficie lisa de uno de los implantes (500x, 3000x) en las cuales podemos observar las irregularidades creadas en el proceso de maquinado, las imágenes fueron tomadas como base de comparación con las superficies obtenidas en pruebas preliminares de ataque ácido.



**Figura 4.2** Imagen de MEB de la superficie maquinada, a) 500x, b)3000x.





























# CAPÍTULO 5

## Conclusiones y recomendaciones

---

- Mediante un análisis de microscopía óptica se comprobó la obtención de superficies rugosas, aplicando la combinación de tratamientos de sandblast y ataque ácido, creando superficies con características óptimas para su posterior estudio in vivo.
- Se logró adherir la capa de  $\text{TiO}_2$  en polvo mediante un sinterizado en horno, la temperatura usada propició el crecimiento de la capa nativa del óxido del material base lo cual mejora aún más las propiedades de oseointegración.
- Se encontró la potencia idónea para recubrir mediante láser una capa de material bioactivo (wollastonita) a los implantes usados.
- Se logró realizar con éxito la cirugía en la que todas las condiciones estudiadas fueron implantadas y se retiraron mediante el torque de extracción para evaluar su oseointegración.
- Las condiciones que dieron los mejores resultados fueron las que tenían depositadas capas material:  $\text{TiO}_2$  y wollastonita, condiciones 3 y 5 respectivamente, ya que dieron los valores más altos de torque de extracción. Las demás condiciones también dieron buenos resultados, sin embargo la más baja fue la condición maquinada, con esto concluimos que los implantes con tratamientos superficiales conducirán a una mayor retención mecánica y por tanto más rápida oseointegración.
- Nuestra hipótesis inicial en la que nuestro diseño propuesto superaría el torque de extracción comparado a los demás tratamientos se cumplió. Siendo un buen candidato para ser usado en implantes comerciales.

## Recomendaciones a futuro

- Revisar los parámetros para anodizado.
- Mejorar los parámetros de la solución de  $\text{TiO}_2$ .
- Usar un horno en el que la temperatura sea precisa.
- Aumentar el número de animales para estudio in vivo.
- Afinar el procedimiento para colocar la solución de wollastonita en el implante.
- Desarrollar un sistema en el que los implantes puedan ser tratados por lote.

## REFERENCIAS

- [1] Aparicio C. Tratamientos de superficie sobre titanio comercialmente puro para la mejora de la osteointegración de los implantes dentales. Universidad Politécnica de Catalunya; 2005. Tesis.
- [2] Rodríguez D. Obtención de capas de nitruro de titanio mediante tratamiento termoquímico en titanio y Ti-6Al-4V y caracterización de sus propiedades para aplicaciones biomédicas. Universidad Polytechnic de Cataluña; 1999. Tesis.
- [3] Ratner BD, A perspective on titanium biocompatibility. En: Brunette DM, Tengvall P, Textor M, Thomsen P (eds.), Titanium in Medicine. Springer; 2001: 1-12.
- [4] Branemark PI, Adell R, Albrektsson T, Lekholm U, Lundkvist S, Rockler B. Osseointegrated Titanium Fixtures in the Treatment of Edentulousness. Biomaterials 1983; 4: 25-28.
- [5] Mish CE (ed.), Implantología contemporánea. Elsevier Mosby; 2009.
- [6] Martín PG, Soto JM, Anatómo-Fisiología. Massom; 1994: 97.
- [7] Hernández TR, Palma CR, Piña BMC, Hidroxiapatita y sus aplicaciones. Revista mexicana de física 1999: 144-147.
- [8] Welsch U. (ed.) Histología. Editorial médica panamericana; 2008: 132.
- [9] Rho JY, Kuhn-Spearing L, Zioupos P. Mechanical properties and the hierarchical structure of bone. Medical Engineering & Physics 1998; 20: 92-102.
- [10] Webster SS. Integrated bone tissue physiology: anatomy and physiology. En: Cowin S. (ed.), Bone mechanics handbook. Boca raton; 2001: 1-34.
- [11] Ratner BD, Hoffman AS, Schoen FJ, Lemons JE, Biomaterial Science: an introduction to materials in medicine. Elsevier; 2004: 43-46.
- [12] Bhat S (ed.), Biomaterials second edition. Alpha Science; 2005: 25-33.
- [13] Hernández MAL, Mercado R, Pérez A, Wear of cast metal-metal pairs of total replacement hip prostheses. Elsevier 2005; 263:1-6.
- [14] Lütjering G, Williams JC. Titanium: engineering materials and processes, second edition. Springer; 2007: 2.
- [15] Gil FJ, Aleaciones ligeras. Ediciones UPC; 2001: 60-61, 67.
- [16] Williams DF, Corrosion of implants materials. Materials Science 1976; 6: 237-266.
- [17] Sul YT, Johansson CB, Petronis S, Kroser A, Jeong Y, Wernerberg A, Albrektsson T. Characteristics of the surface oxides on turned and electrochemically oxidized pure titanium implants up to dielectric breakdown: the oxide thickness, micro pore configurations, surface roughness, crystal structure and chemical composition. Biomaterials 2002; 23:491-501.
- [18] Paredes JL. El uso de la anodización en materiales. Universidad Autónoma Metropolitana. 2010: 1-7.
- [19] Gil FJ, Planell JA, Aplicaciones biomédicas del titanio y sus aleaciones. Biomecánica, Departamento de los materiales e ingeniería metalúrgica, Universidad Politécnica de Cataluña; 1993: 34-42.
- [20] Donachie MJ. Titanium: a technical guide, second edition. ASM International; 2000: 13-21.
- [21] Anusavice KJ. Phillips: Ciencia de los materiales dentales, undécima edición. Elsevier; 2004: 6.
- [22] Kakar A. Oral implantology. Jaypee brothers medical publishers; 2001: 15.
- [23] Binder AM. Estudio de la influencia de la temperatura en la cicatrización ósea periimplantaria de implantes de titanio arenado y pasivado con ácidos en el cerdo. Universidad Complutense de Madrid; 2009. Tesis.
- [24] O'Sullivan D, Sennerby L, Meredith N. Measurement comparing the initial stability of five designs on dental implants. A human cadaver study. Clin implant Dent Relat Res. 2000; 2 (2): 85-92.
- [25] Schenk RK, Buser D. Osseointegration: a reality. Periodontology 2000 (1998); 17:22-35.
- [26] Cochran DL, Schenk RK, Lussi A, Higginbottom FL, Buser D. Bone response to loaded and unloaded titanium implants with sandblasted and acid etched surface: a histometric study in the canine mandible. Journal of biomedical material research 1998; 40:1-11.
- [27] Guo J, Padilla RJ, Ambrose W, Dekok I, Cooper LF. The effect of hydrofluoric acid treatment of TiO<sub>2</sub> grit blasted titanium implants on adherent osteoblast gene expression "in vitro" and "in vivo". Elsevier, Biomaterials 2007; 28: 5418- 5425.

- [28] Klein CP, Wolke JG, De Blicke-Hogervorst, JM, De Groot K. Calcium phosphate plasma-sprayed coatings and their stability: an in vivo study. *Journal of biomedical materials research* 1994; 28: 909-917.
- [29] Montenero A, Gnappi G, Ferrán F, Cesan M, Salvioli E, Mattongo L, Kaciulis S, Fini M. Sol-gel derived hydroxyapatite coatings on titanium substrate. *Journal of materials science* 2000; 35: 2791-2797.
- [30] Cui X, Kim HM, Kawashita M, Wang L, Xiong T, Kokubo T, Nakamura T. Preparation of bioactive titania films on titanium metal via anodic oxidation. *Journal of materials science* 2009; 25: 80-86.
- [31] Kokubo T, Kim HM, Kawashita M, Nakamura T. Bioactive metals: preparation and properties. *Journal of materials science, materials in medicine* 2004; 15: 99-107.
- [32] Esposito M, Worthington H, Coulthard P, Wennerberg A, Thomsen P. Role of implant surface properties on the clinical outcome of osseointegrated oral implant therapy: an evidence-based approach. Ellingsen J, Lyngstadaas S (eds.), *Bio-implant interface. Improving biomaterials and tissue reactions* CRC press; 2003: 3-28.
- [33] Orsini G, Assenza B, Scarano A, Piatelli M, Piatelli A. Surface analysis of machined versus sandblasted and acid-etched titanium implants. *International journal of oral and maxillofacial implants* 2000; 15: 779-784.
- [34] Taborelli M, Jobin M, Francois P, Vaudaux P, Tonetti M, Szmukler-Moncler S, Simpson JP, Descouts P. Influence of surface treatments developed for oral implants on the physical and biological properties of titanium . Surface characterization. *Clinical Oral Implants Research* 1997; 8: 208-216.
- [35] Francois P, Vaudaux P, Taborelli M, Tonetti M, Lew DP, Descouts P. Influence of surface treatments developed for oral implants on the physical and biological properties of titanium .2. Adsorption isotherms and biological activity of immobilized fibronectin. *Clinical Oral Implants Research* 1997; 8: 217-225.
- [36] Aparicio C, Gil FJ, Fonseca C, Barbosa M, Planell JA. Corrosion behaviour of commercially pure titanium grit blasted with different materials and sizes of grit particles for dental implant applications. *Biomaterials* 2003; 24: 263-273.
- [37] Gotfredsen K, Karlsson U. A prospective 5-year study of fixed partial prostheses supported by implants with machined and TiO<sub>2</sub>-blasted surface. *Journal of Prosthodontics* 2001; 6: 2-7.
- [38] Rodríguez RD, García FJ, Caracterización fisicoquímica de la superficie de 9 implantes dentales con 3 distintos tratamientos de superficie. *Medicina oral, patología oral y cirugía bucal*, edición impresa; 2005.
- [39] Delplanke JL, Winand R. Galvanostatic anodization of titanium: structures and compositions of the anodic films. *Electrochim acta* 1988; 35: 1539-1549.
- [40] Shibata T, Zhu YC. The effect of film formation condition on the structure and composition of anodic oxide films on titanium. Elsevier, *corrosion science* 1995; 37:253-270.
- [41] Sul YT, Johansson CB, Jeong Y, Albrektsson T. The electrochemical oxide growth behavior on titanium in acid alkaline electrolytes. *Med Eng Phys* 2001; 23: 329-346.
- [42] Sul YT, Johanson CB, Petronis S, Kroser A, Jeong Y, Wennerberg A. 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* 2002; 23: 491-501.
- [43] Bagno A, Di Bello C. Surface treatments and roughness properties of Ti-based biomaterials. *Journal of Materials Science-Materials in Medicine* 2004; 15: 935-949.
- [44] Le Guéhennec L, Soueidan A, Layrolle P, Amouriq Y. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. *Dental Materials* 2007; 23: 844-854.
- [45] Zhu X, Kim K, Jeong Y. Anodic oxide films containing Ca and P of titanium biomaterial. Elsevier *Biomaterials* 2001; 21: 2199-2206.
- [46] Fini M, Cigada A, Rondelli G, Chiesa R, Giardino R, Giavaresi G, Aldini N, Torricelli P, Vicentini B. In vitro and in vivo behaviour of Ca and P-enriched anodized titanium.
- [47] Kurella A, Dahotre N. Surface modification for bioimplants: The role of laser surface engineering. *Journal of biomaterial applications* 2005; 20: 5-49.

- [48] Best CM, Porter AE, Thian ES, Huang J. Bioceramics: past, present and for the future. *Journal of the European Ceramic Society* 2008; 28: 1319-1327.
- [49] Komlev VS, Barinov SM, Orlovskii VP, Kurdyumov SG. Porous Ceramic Granules of Hydroxyapatite. *Refractories and Industrial Ceramics*, Vol. 42(5-6), (2001) 242-244.
- [50] Xiumin Yao, Shouhong Tan, Dongliang Jiang. Improving the properties of porous hydroxyapatite ceramics by fabricating methods. *Journal of Material Science*, Vol. 40(18), (2005) 4939-4942.
- [51] Kalita SJ, Bhatt HA, Dhamne A. MgO–Na<sub>2</sub>O–P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-based sintering additives for tricalcium phosphate bioceramics. *J Am Ceram Soc*, Vol. 89(3), (2006) 875-881.
- [52] Ravaglioli A, Krajewski A. *Bioceramics: Materials. Properties. Applications.* EEUU: Chapman & Hall; 1991.
- [53] Foresti E, Roveri N, Ripamonti P. (1980) Structural studies of magnesium-containing apatites, *Proc. Joint Italo-Swiss Meeting on Crystallography, Crystal Growth, and Material Science*, Trento, Italia.
- [54] Azarov GM, Maiorova EV, Oborina MA, Belyakov AV. Wollastonite raw materials and their applications (a review). *Glass and Ceramics*, Vol. 52(9), (1995) 237-240.
- [55] Maxim LD, McConnell EE. A review of the toxicology and epidemiology of wollastonite. *Inhalation Toxicology*, Vol.17, (2005) 451-466.
- [56] Xuanyong L, Chuanxian D, Paul Ch. Mechanism of apatite formation on wollastonite coatings in simulated body fluids. *Biomaterial*, Vol. 25(10), (2004) 1755-1761.
- [57] Zuleta F, Velasquez PN, De Aza PN. In vitro characterization of laser ablation pseudowollastonite coating. Elsevier; 2010: 377-383
- [58] Xuanyong L, Chuanxian D. Thermal properties and microstructure of a plasma sprayed wollastonite coating. *Journal of Thermal Spray Technology*, Vol. 11(3), (2001) 375-379.
- [59] Rodríguez HH, Vargas G, Cortés DA. Electrophoretic deposition of bioactive wollastonite and porcelain-wollastonite coatings on 316L stainless steel. Elsevier, *ceramics international* 2008; 34: 1303-1307.
- [60] Yun Y-H, Yun S-D, Park H-R, Lee Y-K, Youn Y-N. Preparation of  $\beta$ -Wollastonite Glass-Ceramics. *Journal of Materials Synthesis and Processing*, Vol. 10(4), (2002) 205-209.
- [61] Xuanyong L, Chuanxian D. Plasma sprayed wollastonite/TiO<sub>2</sub> composite coatings on titanium alloys. Elsevier, *Biomaterials* 2002; 23: 4065-4077.
- [62] Sharma S, Soni VP, Bellare JR. Chitosan reinforced apatite-wollastonite coating by electrophoretic deposition on titanium implants. Springer 2009; 20: 1427-1436.
- [63] Goldman M, Gronsky R, Pruitt L. The influence of sterilization technique and ageing on the structure and morphology of medical-grade ultrahigh molecular weight polyethylene. *J Mater Sci Mater Med*, Vol. 9, (1998) 207-212.
- [64] Takechi M, Miyamoto Y, Momota Y, Yuasa T, Tatehara S, Nagayama M. Effects of various sterilizing methods on the setting and mechanical properties of apatite cement. *J Biomed Mater Res*, Vol. 69(B), (2004) 58-63.
- [65] Dufrane D, Delloye C, Mc.Kay I, De Aza PN, De Aza S, Shneider YJ, Anseau M. Indirect Citotoxicity Evaluation of Pseudowollastonite. *J Mater Sci Mater Med*. Vol. 14(1), (2003) 33-38.
- [66] De Aza PN, Guitian F, De Aza S. Bioactivity of wollastonite ceramics: In vitro evaluation. *Scripta Metall Mater*, Vol. 31, (1994) 1001-1005.
- [67] Tian YS, Chen CZ, Li ST, Huo QH. Research progress on laser surface modification of titanium alloys. Elsevier, *applied surfaces science* 2005; 242: 177-184.
- [68] Almada V. Estudio de bioactividad en aleaciones Co-Cr con superficies foliculares. UANL. Tesis.
- [69] Fernández JM, Serra P, Morenza JL, De Aza. Pulsed laser deposition of pseudowollastonite coatings. Elsevier, *Biomaterials* 2002; 23: 2057-2061.
- [70] Moritz N, Jokinen M, Peltola T, Areva S, Yli-Urpo A. Local induction of calcium phosphate formation on TiO<sub>2</sub> coatings on titanium via surface treatment with CO<sub>2</sub> laser. *Wiley Periodicals*; 2001: 9-16
- [71] Peto G, Karacs A, Pászti Z, Guczi L, Divinyi T, Joób A. Surface treatment of screw shaped titanium dental implants by high intensity laser pulses. Elsevier, *Applied surface Science* 2002; 186: 7-13.

- [72] Li LH, Kong YM, Kim HW, Kim YW, Kim HE, Heo SJ, Koak JY. Improved biological performance of Ti implants due to surface modification by micro-arc oxidation. Elsevier, Biomaterials 2004; 25: 2867-2875.
- [73] Park C, Kim SG, Kim MD, Eom TJ, Yoon JH, Ahn SG. Surface properties of endosseous dental implants after NdYAG and CO<sub>2</sub> laser treatment at various energies. American association of oral and maxillofacial surgeons; 2005.
- [74] Martínez JM, García F, Ferrandiz J, Lafuente JC, Cano J, Barona C. Removal torque and physico-chemical characteristics of dental implants etched with hydrofluoric and nitric acid. An experimental study in beagle dogs. EMBASE, Excerpta médica, Universidad Complutense de Madrid; 2005.
- [75] Oh SH, Fiñones R, Daraio C, Chen LH, Jin S. Growth of nano-scale hydroxyapatite using chemically treated titanium oxide nanotubes. Elsevier, Biomaterials 2005; 26:4938-4943.
- [76] Fawzy A, Amer M. An in vitro and in vivo evaluation of bioactive titanium implants following sodium removal treatment. Elsevier, Dental Materials 2009; 25: 48-57.
- [77] Vera ML, Rosenberg MR, Lamas DG, Schvezov CE, Ares AE. Obtención de recubrimientos cristalinos de TiO<sub>2</sub> mediante combinación de oxidación anódica de Ti-6Al-4V y tratamientos térmicos. Universidad Nacional de Misiones, Argentina; 2010.
- [78] Aparicio C, Padrós A, Gil FJ. In vivo evaluation of micro-rough and bioactive titanium dental implants using histometry and pull-out tests. Elsevier, Journal of the mechanical behaviour of biomedical materials; 2011: 1-11.
- [79] Leyens C, Peters M. Titanium and titanium alloys fundamentals and applications. Willey 2003; 1-35.
- [80] Elías CN, Yoshiki O, Cavalcanti JE, Muller, CA. Relationship between surface properties (roughness, wettability and morphology) of titanium and dental implant removal torque. Elsevier 2008; 234-242.
- [81] Leventhal GS, Titanium a metal for surgery. J Bone Joint Surg 33 A; 1951: 473.
- [82] Branenmark PI, Breine U, Johansson B, Roylance PJ, Röckert H, Yoffey JM, Regeneration of bone marrow. Acta Nat 59; 1964; 1-46.
- [83] Norma B 600 – 91 Standard guide for descaling and cleaning titanium and titanium alloy surfaces. ASTM; 2002: 1-3.

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Evaluación biológica de dispositivos médicos de acuerdo a la norma ISO10993-1.....	5
Tabla 2.2 Composición del hueso.....	8
Tabla 2.6 Estudios sobre superficies de titanio con aplicaciones dentales.....	26
Tabla 3.1 Nomenclatura de implantes .....	38
Tabla 3.2 Composición química según norma ASTM F136-06 para la aleación Ti-6Al-4V ELI.....	39
Tabla 3.4 Identificación de muestras .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 3.5 Parámetros de anodizado .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 3.6 Parámetros recubrimiento TiO <sub>2</sub> .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 3.6 Diseño experimental de pruebas in vivo .....	53
Tabla 4.1 Composición química de material base .....	54
Tabla 4.2 Valores de microdureza obtenidos.....	55
Tabla 4.3 Propiedades mecánicas.....	56
Tabla 4.4 Valores de rugosidad medios y desviación estándar de las condiciones analizadas.....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 4.5 Valores de torques de extracción (N-cm), los números del encabezado pertenecen a cada superficie obtenida.	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 2.1</b> Esquema del hueso cortical y esponjoso .....	9
<b>Figura 2.2</b> Microestructura laminar de Ti-6Al-4V tipo Widmanstätten [20] .....	16
<b>Figura 2.3</b> Estructura mil-annealed con granos equiaxiales de $\beta$ en una matriz de $\alpha$ . 500x [19]. .....	17
<b>Figura 3.1</b> Microdurómetro Vickers Shimadzu .....	40
<b>Figura 3.3</b> Equipo sandblast utilizado. ....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
<b>Figura 3.4</b> Proceso llevado a cabo en el ataque ácido. <b>¡Error! Marcador no definido.</b>	
<b>Figura 3.5</b> Muestras al término del anodizado. ...	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
<b>Figura 3.6</b> Equipo láser de CO <sub>2</sub> .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
<b>Figura 3.7</b> Microscopio óptico usado en la experimentación.....	48
<b>Figura 3.8</b> Rugosímetro Zeiss Sufcom 2000.....	50
<b>Figura 3.9</b> Equipo de MEB utilizado. ....	50
<b>Figura 3.10.</b> Zonas en las que los implantes fueron colocados. ....	53
<b>Figura 4.1.</b> Microestructura representativa de Ti-6Al-4V, correspondiente al material base (400x) .....	55
<b>Figura 4.2</b> Imagen de MEB de la superficie maquinada, a) 500x, b)3000x.....	57
<b>Figura 4.3</b> Imágenes de MEB de .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
<b>Figura 4.4</b> Imágenes de MEB de (a) SB+AA+W+L16W, (b) SB+AA+W+L32W, (c) SB+AA+TiO <sub>2</sub> (3000x). .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
<b>Figura 4.5</b> Análisis EDX a la superficie recubierta P16 W. <b>¡Error! Marcador no definido.</b>	
<b>Figura 4.6</b> Análisis EDX a la superficie recubierta P32W. <b>¡Error! Marcador no definido.</b>	
<b>Figura 4.7</b> Extracción de implantes. ....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
<b>Figura 4.8</b> MEB de implantes extraídos. ....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
<b>Figura 4.9</b> MEB-EDX composición de la capa adherida a las muestras. ..	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>

## ÍNDICE DE GRÁFICOS

**Gráfico 4.1** Resultados de torque de extracción para el cerdo 1. .... ¡Error!  
**Marcador no definido.**

**Gráfico 4.2** Resultados de torque de extracción para cerdo 2. ¡Error! **Marcador no definido.**

**Gráfico 4.3** Media y desviación estándar de los torques de extracción para cada condición superficial estudiada, a un mes de la cirugía. ¡Error! **Marcador no definido.**