

# ESTUDIO DE PROPIEDADES FISICAS Y MECANICAS EN BIOCERAMICAS DENSAS SINTETICAS DE FOSFATO DE CALCIO (HIDROXIAPATITA)

Raquel Varela Zarragoitia\*, Danette Aramendía Collazo\*\* y Guillermo Frades\*\*\*

\* Instituto Superior Politécnico "José A. Echeverría"

\*\* ISPJAE

\*\*\* Investigador del Centro de Investigaciones Metalúrgicas"

## RESUMEN

Se estudian propiedades físicas y mecánicas de las cerámicas de hidroxiapatita sintética, sinterizadas a distintas temperaturas y tiempos de retención. Se partió de polvos de hidroxiapatita sintetizados por el método de la vía húmeda bajo condiciones prefijadas de relación Ca/P, pH y temperatura.

## ABSTRACT

Physical and mechanic properties of the ceramic of synthetic hydroxiapatite, sintered at different temperatures and times of retention were studied. Starting from hydroxiapatite synthesized powders using the humid road method under preset conditions of Ca/P relationship, pH and temperature.

## INTRODUCCION

Son conocidos los esfuerzos que realiza Cuba en desarrollar la Salud Pública Cubana. La cirugía ortopédica, maxilofacial y estomatológica han logrado avances por sus resultados satisfactorios en la reparación de defectos óseos, traumatismos e incluso reemplazos de zonas por afectaciones malignas. La bibliografía especializada ha demostrado que las cerámicas de fosfato de calcio son adecuadas para el reemplazo por largo tiempo del tejido óseo, pues, además de ser biocompatible, pueden ser osteoconductoras [1,9]. En este trabajo, la hidroxiapatita, componente fundamental del tejido óseo, corresponde con la fase mineral de ese tejido proporcionando las propiedades mecánicas al hueso que le permiten soportar esfuerzos de diferentes naturalezas para el éxito de sus múltiples funciones [11]. El uso de estas biocerámicas en países desarrollados puede considerarse una práctica rutinaria, pero, en nuestro país no es posible su difusión masiva en programas de salud por su alto costo. No obstante hoy Cuba cuenta con especialistas y sus respectivas instituciones capaces de elaborar un espectro de biomateriales basado en cerámicas biocompatibles de fosfato de calcio con un costo aceptable [2,8].

## PARTE EXPERIMENTAL

La hidroxiapatita (HAP) fue sintetizada por el método de la vía húmeda a partir de hidróxido de calcio y ácido fosfórico [5,14] fue filtrada y posteriormente secada durante 12 horas a 1050 °C, siendo almacenada en frascos adecuados. Esta torta fue triturada y tamizada para lograr partículas menores de 0.2 mm.

Para realizar el prensado, previamente fue mezclada la HAP con 1 % de ácido esteárico con el fin de evitar incrustaciones del material en las paredes del molde. Se compactaron probetas rectangulares y cilíndricas a presiones reportadas en [3], lográndose probetas de dimensiones de 30x12x4 mm y  $\phi = 12 \times 15$  mm respectivamente.

La sinterización de los cuerpos verdes se realizó en un horno mufla a temperaturas diferentes (1000, 1100 y 1200 °C) con dos tiempos de retención (3 y 6 horas). Para todos los casos la velocidad de calentamiento fue de 120 °C/hora con enfriamiento en el horno hasta la temperatura ambiente. Durante la sinterización no se empleó ningún tipo de atmósfera protectora.

## ENSAYO DE COMPRESION

Las pruebas de resistencia a la compresión de las piezas sinterizadas se realizaron en una

prensa universal inglesa a una velocidad de 0.3 mm/min. Las briquetas cilíndricas sinterizadas presentaron dimensiones que oscilaban alrededor de 10 mm de diámetro y 8 mm de altura [11] debido a la contracción ocurrida durante la sinterización.

Para realizar los cálculos de los valores de esfuerzo a la compresión se utilizó la siguiente expresión:

$$\sigma_c = \frac{4kP}{\pi D^2}$$

K- Valor constante para el anillo de la prensa.

$\sigma_c$  -Resistencia a la compresión del material (MPa). P- Carga aplicada por la máquina. D- Diámetro de la biqueta (cm).

### ENSAYO DE FLEXION

Los ensayos de flexión se realizaron en una Máquina Universal de ensayo. Las briquetas rectangulares a las que se les realizó el ensayo presentaban dimensiones promedio alrededor de 23x9x3 mm, motivado por lo expresado anteriormente sobre la contracción que ocurre durante la sinterización.

Para realizar los cálculos de los valores de esfuerzo se utilizó la siguiente expresión:

sf: Resistencia a la flexión del material (MPa).

$$\sigma_f = \frac{3Pl}{2bh^2}$$

P- Valor de carga aplicada (KN).  
L- Distancia entre apoyos (cm).

b- Ancho de la biqueta (cm).  
h- Altura de la biqueta (cm).

### DISCUSION DE LOS RESULTADOS

#### ESTUDIO DE COMPRESIBILIDAD

Se emplearon diferentes presiones de compactación, en el caso de las briquetas cilíndricas oscilaban en un rango de 10-100 MPa y para el caso de las briquetas rectangulares fue de 10-150 MPa. Los resultados obtenidos se muestran en las Tablas 1 y 2.

De este estudio se determinó que la presión óptima para las briquetas cilíndricas es de 50 MPa y para las rectangulares es de 75 MPa.

En el caso de las briquetas cilíndricas el efecto de sobreprensado ocurre para valores de presión superiores a 50 MPa, no ocurriendo así para las briquetas rectangulares, donde el valor de 75 MPa se tomó siguiendo el criterio de que los valores de las densidades en verde para ambas configuraciones fueran iguales.

**Tabla 1. Estudio de compresibilidad para briquetas cilíndricas (verdes).**

P MPa	$\rho$ g/cm <sup>3</sup>	$\rho$ rel %	Por %
10	0.845	26.7	73.3
20	0.970	30.7	69.3
30	1.002	31.7	68.3
40	1.046	33.1	66.9
50	1.315	41.6	58.4

**Tabla 2. Estudio de compresibilidad briquetas rectangulares (verdes).**

P MPa	$\rho$ g/cm <sup>3</sup>	$\rho$ rel %
10	0.94	29.7
15	0.99	31.3
20	1.01	32.1
50	1.25	39.5
75	1.45	49.9
100	1.48	46.8

A partir de los resultados extraídos de las tablas anteriores se analizó la dependencia de la densidad respecto a la temperatura de sinterización y el tiempo de retención cuyos resultado se muestran en la Tabla 3.

**Tabla 3. Densidad promedio de la hidroxiapatita para diferentes condiciones de sinterizacion en diferentes moldes.**

T °C	Cilíndricas Densidad (50 MPa)	
	3 Horas	6 Horas
1000	2.82	2.74
1100	3.09	3.06
1200	3.15	3.15

T °C	Rectangulares Densidad (75 MPa)	
	3 Horas	6 Horas
1000	2.64	2.77
1100	3.08	3.04
1200	3.01	3.09

**Tabla 4. Resistencia a la compresión y a la flexión para distintos tiempos y temperaturas.**

T °C	Resistencia Compresión (MPa)	
	3 Horas	6 Horas
1000	53.3	61.5
1100	31.2	65.8
1200	28.3	63.0

T °C	Resistencia Flexión (MPa)	
	3 Horas	6 Horas
1000	19.75	56.5
1100	52.59	51.33
1200	44.46	42.84

**ENSAYOS DE COMPRESION Y DE FLEXION PARA DISTINTAS TEMPERATURAS DE SINTERIZACION Y TIEMPOS DE RETENCION**

En [15] se plantea que un aumento de la temperatura de sinterización conlleva necesariamente a un aumento en la resistencia a la compresión del material. En la Tabla 4 se aprecia que esto es lo que ocurre para tiempos de retención de 6 horas, no así para el caso de 3 horas.

Para los ensayos de flexión que se reportan en la Tabla 4 se aprecia que en las experiencias que se realizaron no se encontraron diferencias significativas entre los valores obtenidos para la resistencia a la compresión y los obtenidos para la resistencia a la flexión de acuerdo al comportamiento reportado en literatura para estos parámetros. En el caso específico de la resistencia a la flexión, incluso, los valores obtenidos en las mediciones son similares a los reportados en la literatura teniendo en cuenta la diferencia de las condiciones de trabajo y técnicas empleadas.

**CONCLUSIONES**

- 1- Las presiones de compresibilidad óptimas fueron de 75 MPa para las briquetas rectangulares, y de 50 MPa para las cilíndricas, con las cuales se obtuvieron cerámicas con más del 94 % de densidad.
- 2- No prensar los polvos a una presión superior a 100 MPa para las briquetas cilíndricas, y de

150 MPa para las rectangulares por aparecer el efecto de sobreprensado.

- 3- Se observa un aumento de la densidad con el aumento de la compresibilidad hasta 100 MPa en briquetas cilíndricas y hasta 150 MPa para las rectangulares.
- 4- Se observa un aumento de la densidad al aumentar la temperatura de sinterización hasta 1100 °C, independientemente al tiempo de retención en el horno.
- 5- No existen diferencias entre las densidades en las briquetas obtenidas con 3 y 6 horas de tiempo de retención en el horno en el intervalo de temperaturas de 1100 °C y 1200 °C.
- 6- Los valores de esfuerzo a la compresión oscilan en un rango de 55 a 75 MPa no observándose dependencia de éstos con la temperatura de sinterización en 6 horas de retención de las briquetas en el horno a diferencia de las retenidas 3 horas.
- 7- Los valores de esfuerzo a la flexión se encuentran entre 40 y 60 MPa, no observándose dependencia de éstos con la temperatura de sinterización con 6 horas de retención de las briquetas en el horno a diferencia de las retenidas 3 horas a temperaturas inferiores a 1100 °C.

**REFERENCIAS**

- [1] JOSEFONVIEZ, J.: "Los Biomateriales", Artículo", # 17, Revista Mundo Científico", 1-9, 864-875.
- [2] DELGADO, J.A. (1992): "Biocerámicas de  $\beta$ -Fosfato de Calcio", Tesis de Diploma, UH.
- [3] DE GROOT, K. (1983): "Calcium Phosphate Based Ceramics", Ceramics in Surgery, Materials Science Monographs, 17, Elsevier Scientific Publishing Co, Amsterdam, 79-80.
- [5] ARAMENDIA COLLAZO, D.(1993): "Estudio de algunas propiedades físicas y mecánicas en biocerámicas de Fosfato de Calcio (Hidroxiapatita); Tesis de Diploma, ISPJAE.
- [8] GARCIA, R. W. ARCIS (1992): "Apafill, Biomaterial de relleno para defectos óseos". VII Forum de Piezas de Repuesto, Equipamientos y Tecnología de avanzada.

- [9] LEGEROS, R.Z.: "In vivo transformation of biphasic calcium-phosphate ceramics, ultrastructural and physicochemical characterizations"
- [10] DRIESSÉN, A.A.; C.P.A.T. KLEIN; K. DEGROOT (1982): "Preparation and some properties of sintered  $\beta$ -whitlockite", *Biomaterials*, 3, 113-116.
- [11] PATKA, P. (1984): "Bone replacement by calcium-phosphate ceramic", *Academisch Proefschrift; U V Vitgeverij/Free University Press*
- [12] OSBORN, J.F.; H. NEWSELY (1980): "The material science of calcium phosphate ceramics. *Biomaterials*", 1:108-11.
- [14] FELICO, L. (1993): "Tecnología para la obtención de Hidroxiapatita". Tesis de Diploma, 1993, ISPJAE.
- [15] JIANGUO, L. (1992): "Development of High-Strength bioactive ceramic composite", Stockholm.
- [16] KLEIN, C.P.A.T. (1988): "Calciumphosphate implant materials and biodegradation", *Academisch Proefschrift, Vrije Universiteit te Amsterdam*.