

## Deposición electroforética de cerámica en polímeros

C. FLECKENSTEIN, C. MOCHALES, W.-D. MÜLLER  
Zahnärztliche Werkstoffkunde und Biomaterialforschung  
Institut für Zahn-, Mund und Kieferheilkunde, CC3 "Charité"  
Universitätsmedizin Berlin

### Resumen

*El interés por la deposición electroforética (EPD) de la cerámica o compuestos de cerámica ha aumentado mucho debido a la posibilidad de crear bloques de cerámica en verde con varias características interesantes para aplicaciones biomédicas, por ejemplo, cerámicas porosas y/o laminadas con un gradiente de funcionalidad. A fin de obtener una buena deposición de cerámica es necesario el uso de electrodos de elevada conductividad. Los metales con alta conductividad se utilizan comúnmente para esta aplicación. En este trabajo se propone el uso de polímeros de bajo coste, no conductores, como electrodos. Para aumentar su conductividad, los electrodos de polímero se recubrieron mediante sputtering con oro o carbono. El aumento de la conductividad obtenido permite la deposición de diversas cerámicas ampliamente utilizadas en los productos dentales y ortopédicos, como son la zirconia estabilizada con ytria (Y-TZP), la alúmina o la hidroxiapatita (HA).*

### Abstract

*The interest in electrophoretic deposition (EPD) of ceramics or ceramic composites has widely increased due to the possibility to create green bodies with several interesting characteristics for biomedical applications, for instance porous and/or laminated functionally graded ceramics. In order to get a good ceramic deposition the use of high conductive electrodes is required. Metals with high conductivity are commonly used for this purpose. In this work, the use of low cost non conductive polymers as electrodes is proposed. To increase their conductivity, these polymer electrodes were sputtered with gold or carbon. The conductivity increase obtained by the sputtering allowed the deposition of different ceramics widely used in the dental and orthopaedic industry, as yttria stabilised tetragonal zirconia particles (Y-TZP), alumina and hydroxyapatite (HA).*

### Introducción

La deposición electroforética (EPD) es una técnica ampliamente utilizada para el procesado de cerámica en varios procesos industriales debido a su costo-efectividad y versatilidad. En los últimos años, la EPD está despertando interés en el campo biomédico, debido a la posibilidad de producir novedosas microestructuras y nanoestructuras, así como combinaciones de materiales novedosos y

complejos de gran interés para aplicaciones biomédicas [1, 2].

La EPD es un método muy simple que consta de dos etapas. La primera etapa es la migración de partículas cargadas suspendidas en un líquido desde un electrodo, el contraelectrodo, hacia el otro electrodo, el electrodo de deposición; la segunda etapa es la deposición de partículas en el electrodo de deposición formando un depósito o película compacto denso y homogéneo. A fin de obtener una buena deposición de cerámica es necesario el uso de electrodos de elevada conductividad [3]. En este trabajo, se utilizan electrodos de polímero para la deposición de biocerámicas.

Las biocerámicas son ampliamente utilizadas en dispositivos dentales y ortopédicos, y pueden ser optimizadas en términos de composición, estructura y porosidad [4-7]. El procesado de la cerámica implica el procesado de materia prima en

#### Correspondencia:

Carolina Mochales Palau  
Zahnärztliche Werkstoffkunde und Biomaterialforschung  
Institut für Zahn-, Mund und Kieferheilkunde, CC3  
"Charité"  
Universitätsmedizin Berlin Aßmannshäuser Str. 4-6,  
14197, Berlin  
E-mail: carolina.mochales-palau@charite.de

polvo, procesos de conformación (pieza en verde), la densificación (sinterización) y el mecanizado final. En el presente trabajo se estudian partículas de zirconia estabilizada con ytria (Y-TZP), la alúmina o la hidroxiapatita (HA). Las tres biocerámicas son biocompatibles y la HA, además, bioactiva [8].

## Materiales y métodos

Los materiales en polvo utilizados en el presente estudio fueron Y-TZP (TZ-3Y, Tosoh, Japón), alúmina (BMA 15, Baikowski, Francia) y HA (sintetizado por Ginebra et al. [9], grupo de investigación BIBITE, UPC, Barcelona). Los lechadas producidas contenían en peso, respectivamente, un 40% de Y-TZP, un 5% de alúmina, un 2% de HA, etanol y ácido acético para ajustar el pH. Las suspensiones se agitaron magnéticamente durante un mínimo de 24 horas y posteriormente sonicadas para desaglomerar las partículas.

Los electrodos de plástico fueron recubiertos mediante sputtering bien con oro (SCD 040, Balzers, Liechtenstein), o bien con carbono (MED 010 Turbo, Balzers, Liechtenstein) y con oro en el área de contacto (electrodo carbono/oro). El sputtering de oro se realizó en un vacío de 0,05 mbar durante 2 minutos. Para el sputtering de carbono se utilizó una varilla de carbono comercial y un vacío de 10-5 mbar. Previamente al sputtering, los electrodos de plástico se cortaron a partir de plan-

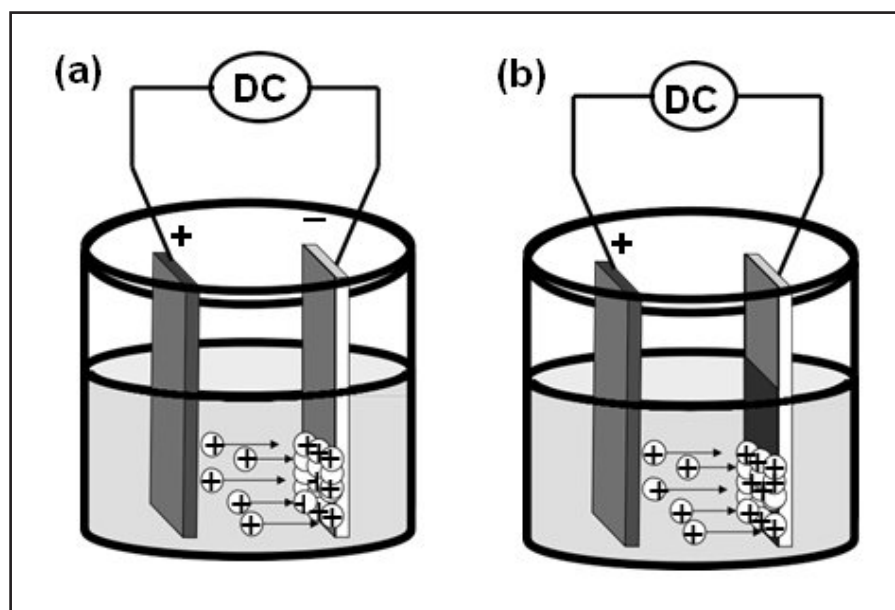
chas en rectángulos de aproximadamente 1,5x5 cm, se lavaron y se secaron.

Después del sputtering, los electrodos se fijaron en el montaje para la EPD (Figura 1). La EPD se llevó a cabo con cada lechada tanto para el oro como para el carbón/oro como electrodo de deposición. Como contraelectrodo se usó un electrodo recubierto de oro mediante sputtering. La distancia entre los electrodos fue de 25 mm. La corriente aplicada fue de 80V para la suspensión de Y-TZP, 120V para la suspensión de alúmina, y 140V para la solución de HA. El tiempo de deposición fue de 30 minutos para cada ensayo. La intensidad se midió en intervalos de 3 minutos hasta 30 minutos, con el fin de controlar el progreso de la deposición de capas por EPD.

La microestructura de las capas obtenidas tras 30 minutos fue observada por un microscopio electrónico de barrido (Maxim 4, CamScan Electron Optics Ltd, Cambridgeshire, Reino Unido).

## Resultados y discusión

Se obtuvieron capas por deposición con ambos tipos de electrodo para todas las lechadas ensayadas (Figura 2). Se puede observar que las capas creadas en el electrodo de depósito de oro eran mejores que en el recubrimiento de carbono, lo que se puede explicar con la mayor conductividad de oro. Este hecho explica también por qué no fue posible obtener una capa de un electrodo recubier-



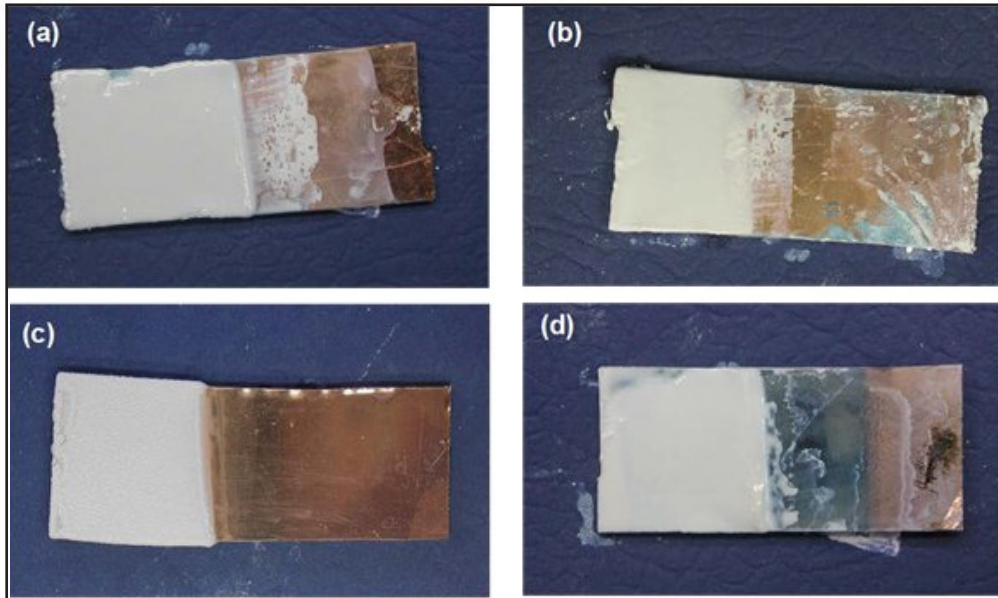
**Figura 1.** Esquema de la preparación para la EPD: (a) montaje con contraelectrodo y electrodo de deposición recubiertos de oro, (b) montaje con contraelectrodo recubierto de oro y electrodo de deposición recubierto de carbobo/oro.

to de carbono sin contacto de oro.

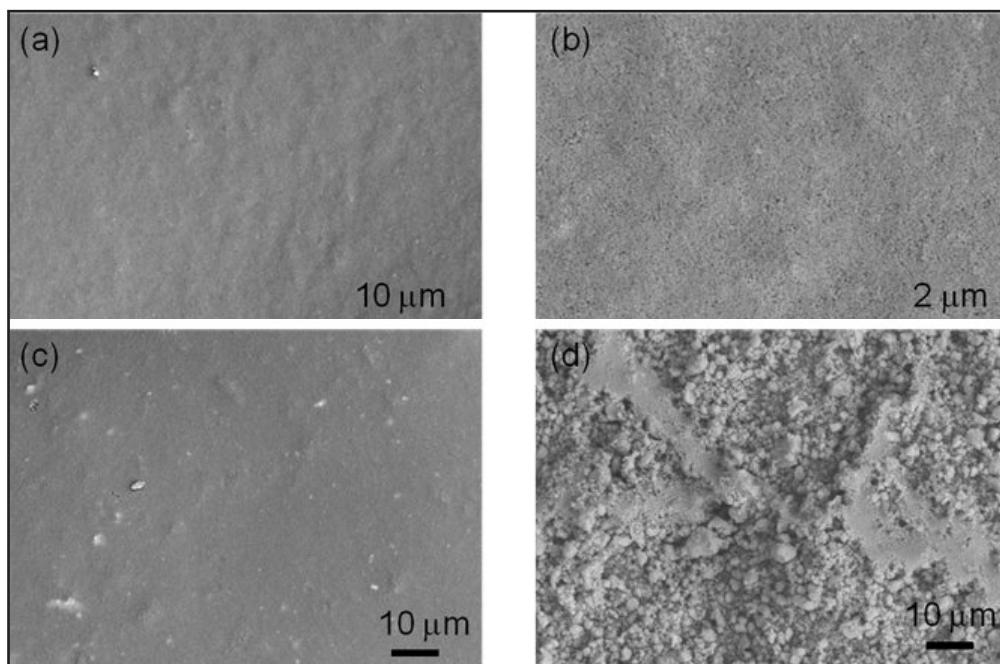
Se observó también un decrecimiento exponencial de la intensidad de corriente con el tiempo de procesamiento (figura 3) tal y como era de esperar para la EPD [3]. Las ecuaciones correspondientes (1-6) son:

Observaciones de Microscopía electrónica de barrido (MEB) revelaron detalles microestructurales de las capas de cerámica obtenidos por EPD

(Figura 4). Tanto la Y-TZP como la alúmina mostraron capas muy homogéneas compactas. Sin embargo, en el caso de la HA, se observó cierta falta de homogeneidad en la deposición, debido posiblemente a la aglomeración de las partículas de HA en la lechada. Dicha aglomeración podría evitarse mediante una agitación mayor antes o durante el proceso de EPD, o mediante la adición de un dispersante.



**Figura 2.** Aspecto de capas de cerámica depositadas sobre el electrodo de depósito recubierto de oro: (a) Y-TZP, (b) alúmina, (c) HA y (d) Y-TZP depositada sobre el electrodo de carbono/oro.



**Figura 4.** Micrografías de MEB de: a) y b) Y-TZP, c) alúmina, d) HA.

$$I_{Y-TZP,GOLD} = 0.83 + 3.01e^{(-t/4.11)}, \quad r^2 = 0.99 \quad \text{Eq. 1}$$

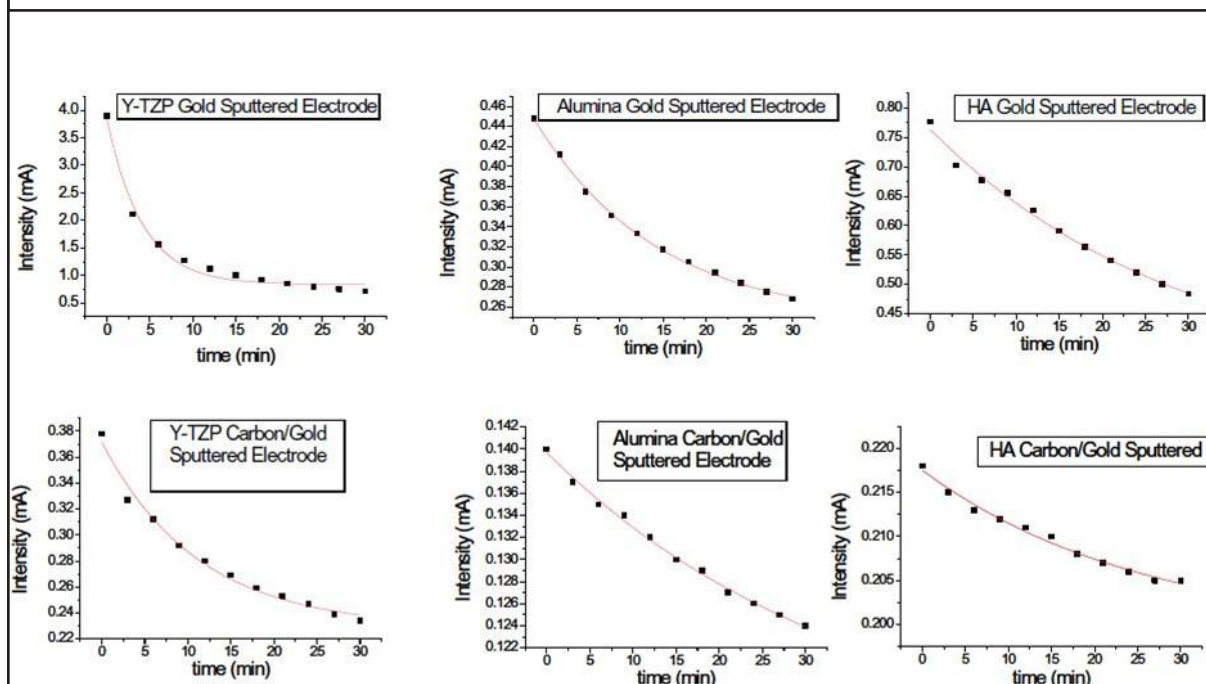
$$I_{Y-TZP,CARBON/GOLD} = 0.23 + 0.14e^{(-t/11.18)}, \quad r^2 = 0.99 \quad \text{Eq. 2}$$

$$I_{ALUMINA/GOLD} = 0.24 + 0.20e^{(-t/14.30)}, \quad r^2 = 0.99 \quad \text{Eq. 3}$$

$$I_{ALUMINA,CARBON/GOLD} = 0.11 + 0.03e^{(-t/35.69)}, \quad r^2 = 0.99 \quad \text{Eq. 4}$$

$$I_{CDHA,GOLD} = 0.32 + 0.44e^{(-t/29.73)}, \quad r^2 = 0.99 \quad \text{Eq. 5}$$

$$I_{CDHA,CARBON/GOLD} = 0.19 + 0.019e^{(-t/25.80)}, \quad r^2 = 0.99 \quad \text{Eq. 6}$$



**Figura 3.** Evolución de la intensidad de corriente con el tiempo de tratamiento y ajuste exponencial de curvas de Y-TZP, alúmina y HA para ambos electrodos.

## Conclusiones

En este estudio se ha demostrado que el recubrimiento de polímeros mediante EPD es un método efectivo y de bajo coste para conseguir la deposición de diferentes polvos cerámicos, como Y-TZP, alúmina y HA, de interés para la ortopedia y aplicaciones dentales. La morfología de las capas así obtenidas de Y-TZP y alúmina es óptima. En el caso de la capa de HA es necesario obtener una mejor desaglomeración de las partículas en la lechada de trabajo. En conjunto, la cinética del proceso EPD fue satisfactoria para las tres biocerámicas.

## Agradecimientos

Este trabajo forma parte del “Priority programme” 1420 (<http://spp1420.mpikg.mpg.de/projects/hierarchy-of-microstructural-features-as-the-origin-of-fracture-resistance-in-dentine-and-ceramic-composites>) y ha sido financiado por la “Deutsche Forschungsgemeinschaft” (DFG).

Asimismo, agradecemos al grupo de Biomateriales, Biomecánica e Ingeniería de Tejidos (BI-BITE) de la Universitat Politècnica de Catalunya (UPC) por la síntesis de la hidroxiapatita en polvo utilizada en este trabajo.

## Referencias

1. **Boccaccini AR, Zhitomirsky I.** Application of electrophoretic and electrolytic deposition techniques in ceramics processing. *Current Opinion in Solid State & Materials Science* 2002; 6:251-260.
2. **Corni I, Ryan MP, Boccaccini AR.** Electrophoretic deposition: From traditional ceramics to nanotechnology, *Journal of the European Ceramic Society* 2008; 28:1353-1367.
3. **Ferrari B, Moreno R.** EPD kinetics: A review, *Journal of the European Ceramic Society* 2010; 30:1069-1078.
4. **Kim DJ, Han JS, Lee SH, Yang JH, Lee DY.** Zirconia/alumina composite dental implant abutments, *Bioceramics* 2004; 16:699-702.
5. **da Silva FT, Andreiuolo R, Sabrosa CE.** Mechanical Behavior of non Veneered Three Unit Fixed Partial Dentures of Alumina-Zirconia Under Cyclic Load in Wet Environment, *Materials Research-Ibero- American Journal of Materials* 2010; 13:107-111.
6. **Baker MI, Eberhardt AW, Martin DM, McGwin G, Lemons JE.** Bone properties surrounding hydroxyapatite-coated custom osseous integrated dental implants, *Journal of Biomedical Materials Research Part B-Applied Biomaterials* 2010; 95B:218-224.
7. **Vallet-Regi M.** Evolution of bioceramics within the field of biomaterials. *Comptes Rendus Chimie* 2010; 13:174-185.
8. **Bayazit VM, Bayazit E.** Evaluation of bioceramic materials in biology and medicine. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures* 2010; 5:267-278.
9. **El Briak-Ben Abdeslam H, Mochales C, Ginebra MP, Nurit J, Planell JA, Boudeville P.** Dry mechanochemical synthesis of hydroxyapatites from dicalcium phosphate dihydrate and calcium oxide: A kinetic study, *Journal of Biomedical Materials Research* 2003; 67A:927-937.