

INFLUENCIA DE LOS PATRONES DE IMPRESIÓN POR FILAMENTOS FUNDIDOS EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE IMPLANTES ÓSEOS DE YSZ

E. de Lamo, V. Axelrad, C. Berges, J. Hidalgo, G. Herranz

Universidad de Castilla-La Mancha, E. T. S. de Ingeniería Industrial – INEI (Instituto de Investigaciones Energéticas y Aplicaciones Industriales), Avda. Camilo José Cela s/n.13071. Ciudad Real,
Elena.Lamo@alu.uclm.es

Resumen: La reparación de defectos óseos de gran envergadura representa un desafío en la ortopedia y traumatología actual. Para abordar esta problemática, es esencial emular con precisión los diseños y la distribución de la porosidad ósea, al tiempo que se garantiza el cumplimiento de los requisitos biomecánicos y biofuncionales de los tejidos óseos. En este trabajo, se ha logrado el procesamiento de filamentos aptos para la técnica de Fabricación de Filamento Fundido (FFF), con una elevada carga de nanopartículas de YSZ. Además, se ha emprendido una investigación de la influencia del tamaño y distribución de la porosidad y la combinación óptima de regiones densas y porosas mediante el diseño de diferentes patrones de impresión en las propiedades de los implantes para ajustarlas a las del hueso del paciente, promoviendo una mejor biofuncionalidad y abriendo paso a nuevas perspectivas en el desarrollo de implantes óseos altamente personalizados y de gran resistencia.

Palabras clave: Injerto óseo, andamio, FFF, YSZ, porosidad, propiedades mecánicas.

1.- INTRODUCCIÓN.

Las patologías relacionadas con los defectos óseos afectan a millones de personas en todo el mundo. Como solución a esta problemática existen los injertos óseos. Los injertos naturales obtenidos del propio paciente, huesos donantes o animales conllevan el riesgo de infecciones retrasando la recuperación del paciente [1], es por ello que existen los injertos óseos sintéticos, también conocidos como andamios óseos [2]. Con el fin de reducir el tiempo de recuperación y los daños ocasionados en el paciente se propone la fabricación aditiva de injertos óseos porosos personalizados para cada defecto y paciente, suponiendo un gran reto novedoso en el que el material, técnica de procesado y microarquitectura interna de los mismo desempeñan el papel principal de este trabajo.

Existen dos tipos de hueso en relación a su estructura. Un hueso cortical o compacto que se encuentra en la periferia y presenta mayor resistencia mecánica debido a una mayor densidad. Y un hueso trabecular en el interior formado por trabéculas o poros permitiendo el desarrollo de las funciones metabólicas y biológicas, adhesión y crecimiento celular [3]. Por ello el control de la porosidad en los injertos juega un papel fundamental ya que es sabido que al aumentar la porosidad se reducen las propiedades mecánicas, pero favorece las biológicas [4].

Como materiales, destacan los cerámicos y polímeros bio compatibles y bioactivos con el objetivo de conseguir la máxima similitud al hueso natural. En este trabajo se decide utilizar circona estabilizada con Itria al 3% molar, 3-YSZ, pues presenta las altas propiedades mecánicas ideales para soportar altas cargas en implantes para grandes defectos óseos. La 3-YSZ muestra una gran resistencia a la fractura comparado con otros biomateriales, manteniendo buenas

propiedades biológicas por no presentar toxicidad y tener baja adhesión bacteriana [5].

En cuanto a la técnica de fabricación, la fabricación aditiva permite un control de la microarquitectura en tamaño y forma del poro [6] para adaptarla a la del hueso natural. Se elige la técnica de Fabricación por Filamento Fundido (FFF) debido a su baja inversión inicial, bajo tiempo de producción y alto grado de industrialización frente a otras técnicas [7]. La microarquitectura interna de los andamios óseos queda definida por el parámetro de impresión *infill* o relleno. Se pretende diseñar diferentes patrones de impresión modificando la morfología, densidad de relleno y la presencia de partes densas y porosas con el objetivo de emular la estructura ósea y encontrar un equilibrio entre las propiedades mecánicas y biológicas de los injertos óseos.

Esta combinación de material, técnica de procesado y diseño de microarquitecturas internas resulta de gran novedad para la comunidad científica pues a día de hoy no se conocen estudios de las propiedades de los injertos óseos con diferentes *infill* utilizando el material y la técnica descritos.

2.- PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

Las probetas de ensayos utilizadas en este trabajo se producen siguiendo el procedimiento habitual para la FFF. Primeramente se hace una mezcla de polvo cerámico de 3-YSZ de tamaño de partícula de 40 nm con un sistema ligante, basado en diversos polímeros termoplásticos y adaptado a la fabricación de filamentos flexibles de este material. Para ello se emplea una mezcladora ThermoHaake, modelo Haake Rheocord 252p. Se selecciona un volumen de polvo del 50 % y unas condiciones de mezclado de 160 °C, 40 rpm y 90 min.

A partir de estas mezclas, se extruye un filamento en un reómetro capilar Dynisco LCR 7000. Se ajustan las temperatura, diámetro del capilar y velocidad de extrusión hasta conseguir un filamento homogéneo con propiedades que permiten bobinarlo y utilizarlo como consumible en una impresora 3D.

Mediante un sistema CAD, se diseñan probetas cilíndricas de 9 mm de diámetro y 9 mm de longitud destinadas a realizar ensayos de compresión. Se probaron doce arquitecturas diferentes de implante variando el porcentaje de relleno, el patrón de impresión y la opción de una capa exterior emulando la estructura cortical del hueso humano.

Una vez se ajustaron las condiciones de impresión para la obtención de piezas libre de defectos, se procedió a la eliminación del sistema ligante. Esta se realiza en un horno Hobersal 12PR450SCH con un ciclo térmico en aire con rampas a distintas temperaturas, diseñada para obtener piezas libres de defectos y una eliminación completa de los componentes orgánicos. Tras el proceso de eliminación se obtienen las denominadas piezas en marrón, las cuales se introducen en un horno tubular Hobersal ST186030 en el cual, mediante un ciclo térmico a 1400 °C y 1 h, se sinterizan las piezas, otorgándoles sus propiedades finales.

Finalmente, se llevan a cabo los ensayos de compresión. Dichos ensayos se realizan en un sistema electromecánico de la marca MTS Critterion con un vídeo-extensómetro, el cual permite grabar los ensayos facilitando la realización de un análisis de las deformaciones de las probetas mediante una Correlación Digital de Imágenes (DIC). Utilizando el software *SolidWorks* se realiza una Simulación de Elementos Finitos (SEF) de todos los patrones de impresión diseñados con el objetivo de explicar los mecanismos de fractura de las piezas ensayadas a compresión.

3.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

3.1. Obtención de filamentos.

Primeramente se mezcla el polvo con el ligante. La Figura 1 muestra la gráfica del par torsor frente al tiempo, permitiendo evaluar la homogeneidad de la mezcla. Pasados los primeros 30 minutos de mezclado, el par comienza a disminuir hasta que a los 90 minutos el par torsor se estabiliza, siendo indicativo de una mezcla homogénea de todos los componentes. Por otro lado, el par de estabilización permite tener una estimación indirecta de la fluidez de la mezcla. Ésta presenta valores altos del par (~16 Nm), indicando una baja fluidez y por tanto alta viscosidad. Esto no supuso un problema para el hilado e impresión de filamento.

Para la extrusión de filamento se ha utilizado un diámetro de la boquilla de 1,7mm. Tras varios ensayos en un rango de condiciones se observa que al modificar la velocidad de extrusión se modifican las propiedades del filamento debido a la velocidad de enfriamiento y/o el diferente reordenamiento de las cadenas de ligante. Se decide que las condiciones de extrusión que proporcionan un diámetro homogéneo y las mejores propiedades al filamento son 120 °C y 150 mm/s.

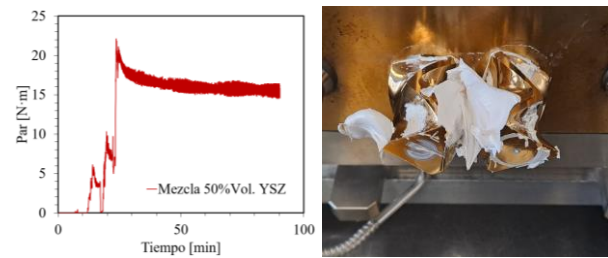


Figura 1. (Izquierda) Control del par durante el mezclado con 50 % vol. de carga cerámica. (Derecha) Rotores en el *feedstock* al terminar el mezclado.

3.2. Diseño y obtención de los patrones de impresión.

Dado que el injerto óseo debe presentar un equilibrio entre las propiedades mecánicas y las biológicas, se han diseñado diferentes patrones de impresión modificando la morfología y densidad de relleno. La Figura 2 muestra el diseño CAD con los cortes en las direcciones longitudinales y transversales de los doce patrones de impresión estudiados.

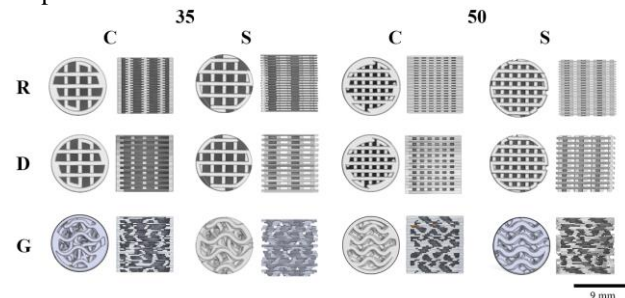


Figura 2. Vista de secciones transversales y longitudinales de los diseños de patrones de impresión elegidos.

Un primer diseño consiste en una morfología rectilínea alternando 90° la dirección de impresión en cada capa, designada con el código “R”. Este es el patrón más recurrente en implantes óseos y se elige con el objetivo de favorecer las propiedades mecánicas frente a las biológicas. Otra morfología seleccionada, designada como “D”, se trata de una morfología rectilínea alternando 90° la dirección de impresión cada dos capas con el fin de favorecer las propiedades biológicas por un mayor tamaño de poro. Por último, con el objetivo de favorecer las propiedades biológicas frente a las mecánicas, se decide la morfología giroide, “G”, cuya geometría de capas no es reiterativa lo que favorece la proliferación del tejido óseo. En cuanto a la densidad de relleno se eligen dos, 50 % y 35 %, es decir, 50 % y 65 % de porosidad. Además se añade el parámetro de diseño de *outershell*, es decir, un reborde externo sobre la probeta. “C” cuando las piezas este reborde, o “S” cuando las probetas carecen él.

3.3. Caracterización de piezas sinterizadas.

Tras la eliminación del sistema ligante y el posterior proceso de sinterización se realiza una caracterización de las probetas en contracción volumétrica y tamaño de poros. Se determina que se produce una contracción volumétrica media de 50 ± 2 % de las piezas finales respecto de las piezas en verde (Figura 3).

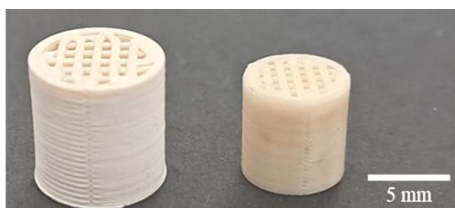


Figura 3. Ejemplo de contracción de volumen en piezas de la misma condición de patrón de impresión.

Para medir el tamaño del poro, se realizan cortes en las direcciones transversal y longitudinal a las probetas. Debido a la dificultad para determinar el tamaño de poro de las probetas de patrón giroide por su forma irregular, solo se ha determinado el tamaño de poro de los patrones rectilíneos. En la dirección transversal (Figura 4), el tamaño del poro es $880 \pm 22 \mu\text{m}$ para las probetas de densidad de relleno del 35 % y $440 \pm 32 \mu\text{m}$ para las de densidad de relleno del 50 %. Estos valores están dentro del rango de tamaño de poro que favorece el crecimiento capilar dentro del injerto ($300 \mu\text{m} - 1 \text{mm}$) [8]. En la dirección longitudinal (Figura 5) se obtienen los resultados de la Tabla 1. Para los diseños R y D se obtienen valores dentro del rango de $100\text{-}200 \mu\text{m}$, que se ha demostrado que es el idóneo para favorecer el crecimiento celular [8].

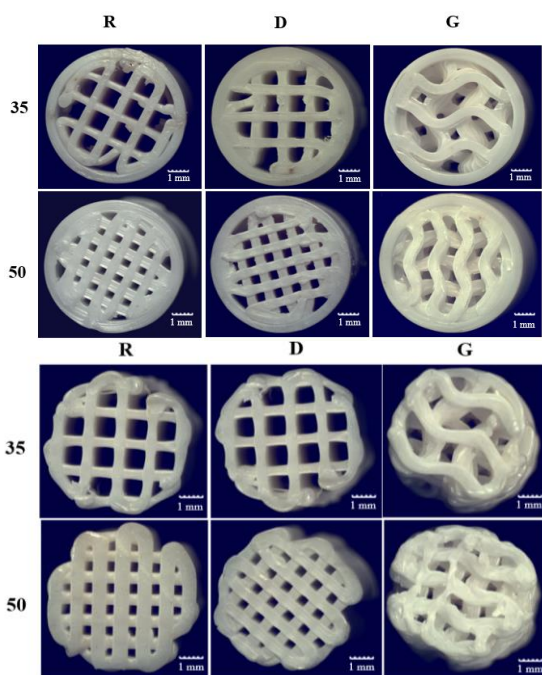


Figura 4. (Arriba) Corte transversal de las condiciones O tras la sinterización utilizando la Lupa. (Abajo) Corte transversal de las condiciones S tras la sinterización utilizando la lupa.

Tabla 1. Altura de poro en la dirección longitudinal en las condiciones de impresión rectilíneas.

	R	D
35	$90 \pm 24 \mu\text{m}$	$116 \pm 26 \mu\text{m}$
50	$111 \pm 28 \mu\text{m}$	$216 \pm 33 \mu\text{m}$

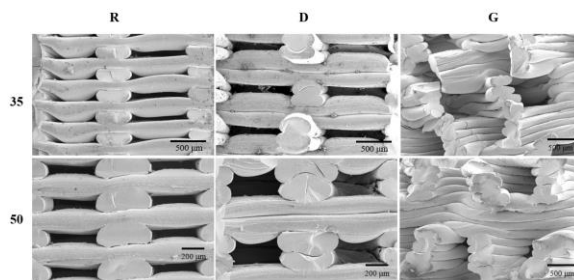


Figura 5. Vista al SEM de los cortes longitudinales de los patrones de impresión tras la sinterización.

3.4. Ensayos de compresión.

Los resultados de los ensayos de compresión se recogen en las gráficas de la Figura 6. Se observa una clara diferencia en las probetas sin *outershell*, S, presentando las probetas R los mejores resultados a compresión, seguidas de las D y, por último, las G. Además se comprueba que las probetas con una densidad de relleno mayor, presentan mejor resistencia a compresión. Por el contrario, las probetas C no presentan diferencias claras, aunque si presentan mejores resultados frente a las S. El *outershell* podría estar actuando como elemento estructural otorgando integridad a las probetas.

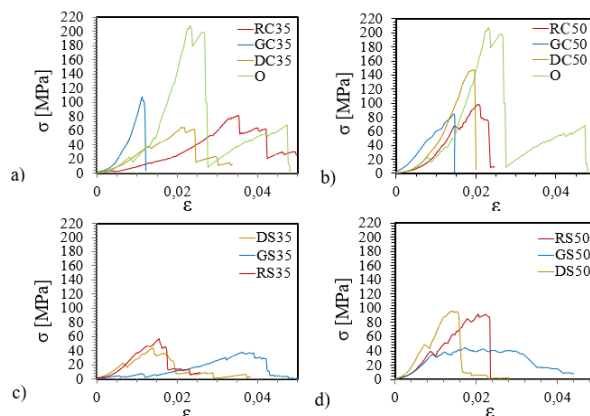


Figura 6. Comparativa de las curvas de compresión resultantes de piezas con diferentes patrones de impresión: (a) Infill del 35 % y con *outershell*, (b) Infill del 50 % y con *outershell*, (c) Infill del 35 % y sin *outershell*, (d) Infill del 50 % y sin *outershell*.

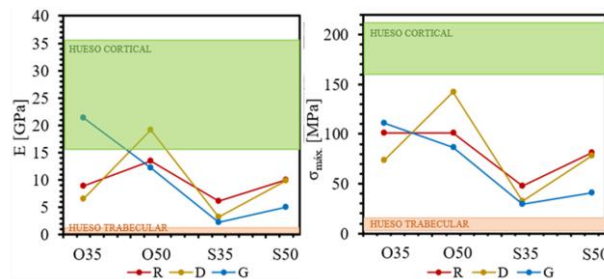


Figura 7. Gráfica comparativa de los resultados de módulo elástico y tensión máxima para las distintas condiciones de impresión.

La Figura 7 compara los resultados de Módulo de Young y resistencia a compresión de los diferentes diseños de implante y con las propiedades típicas de hueso cortical y trabecular. Se ha conseguido reducir el módulo de Young de la YSZ con 200 GPa [9] a valores

comprendidos dentro del rango del hueso natural (0,01-36 GPa) [10] en los doce patrones de impresión permitiendo de esta forma que no se produzca el apantallamiento del hueso.

3.5. Mecanismos de fallo.

Mediante el video-extensómetro es posible comprobar que las columnas o pilares del interior de las piezas con morfología de relleno rectilínea formadas por la coincidencia de puntos de apoyo entre sus capas actúan como elemento de soporte, algo que no sucede en las probetas giroides (Figura 8).

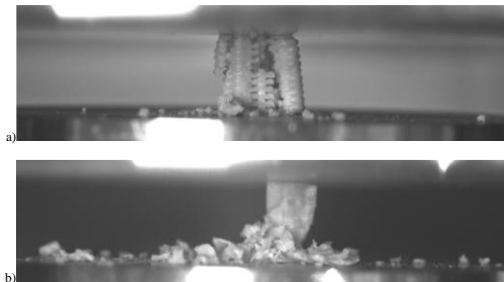


Figura 8. (a) Rotura en columnas típica de probetas de *infill* rectilíneo. (b) Rotura en fragmentos pequeños típica de probetas de *infill* giroide.

Los resultados de simulación de elementos finitos, mostrados en la Figura 9, confirman que el *outershell* actúa como elemento estructural soportando la mayor parte de la carga, del mismo modo que los pilares internos de las condiciones rectilíneas. Estos resultados permiten explicar el comportamiento a compresión de los diferentes diseños.

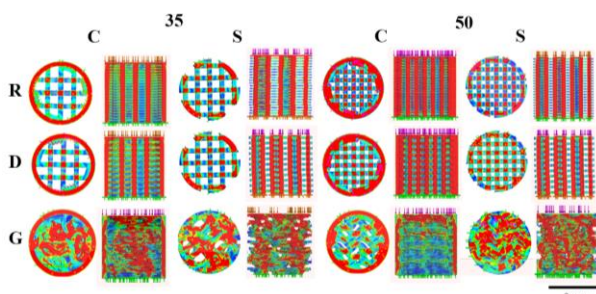


Figura 9. Esquema de las vistas de cortes en planta y frontal de las condiciones de patrones de impresión obtenidas de las tensiones de Von Mises mediante la simulación de elementos finitos.

4.- CONCLUSIONES.

En este trabajo se realiza un estudio detallado del efecto de la arquitectura porosa de implantes de YSZ destinados a reparar grandes lesiones óseas en zonas con grandes solicitaciones mecánicas. Para ello se diseñaron y fabricaron satisfactoriamente implantes con un filamento desarrollado específicamente para esta tecnología.

El ensayo mecánico de las diferentes arquitecturas ha demostrado que al aumentar la densidad de relleno de las probetas mejoran las propiedades mecánicas, que el *outershell* actúa como elemento estructural y que la condición R es la morfología de relleno que proporciona los mejores resultados en cuanto a propiedades

mecánicas. Sin embargo, las propiedades mecánicas conseguidas con todos los diseños se asemejan a las del hueso humano. Mediante la morfología y densidad de relleno en el diseño de las probetas de compresión se ha conseguido ajustar el tamaño de la porosidad a los valores que la bibliografía asegura que favorece el crecimiento celular y capilar en los injertos óseos. Mediante el uso de diferentes rellenos y patrones, se pueden ajustar las propiedades biomecánicas y biofuncionales adecuadas a cada tipo de hueso y paciente, lo que supone un gran avance en este campo.

5.- REFERENCIAS.

- [1] L. Polo-Corrales, M. Latorre-Esteves y J. E. Ramírez-Vick, «Scaffold Design for Bone Regeneration» *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, vol. 14, pp. 15-56, 2014.
- [2] R. Lanza, R. Langer, J. P. Vacanti y A. Atala, *Principles of tissue engineering*, 3ª ed., 2020.
- [3] L. Mathieu, T. Müller, P. Bourban, D. Pioletti, R. Müller y J.-a. Manson, «Architecture and properties of anisotropic polymer composite» *Biomaterials*, vol. 27, pp. 905-916, 2006.
- [4] C. M. Murphy, M. G. Haugh y F. J. O'Brien, «The effect of mean pore size on cell attachment, proliferation and migration in collagen-glycosaminoglycan scaffolds for bone tissue engineering» *Biomaterials*, vol. 31, pp. 461-466, 2010.
- [5] Green, Hannink y Swain, «Transformation Toughening of Ceramics» CRC Press Inc., 1989.
- [6] C. Jiao, D. Xie, Z. He, H. Liang, L. Shen, Y. Yang, Z. Tian, G. Wu y C. Wang, «Additive manufacturing of Bio-inspired ceramic bone Scaffolds: Structural Design, mechanical properties and biocompatibility» *Materials & Design*, vol. 217, p. 110610, 2022.
- [7] T. McNulty, F. Mohammadi, A. Bandyopadhyay, D. Shanefield, S. Danforth y A. Safari, «Development of a binder formulation for fused deposition of ceramics» *Rapid Prototyping Journal*, vol. 4, pp. 2-4, 1998.
- [8] B. Xu, K.-W. Lee, W. Li, M. J. Yaszemski, L. Lu, Y. Yang y S. Wang, «A comparative study on cylindrical and spherical models in fabrication of bone tissue engineering scaffolds: Finite element simulation and experiments» *Materials & Design*, vol. 211, p. 110150, 2021.
- [9] Z. Q. Meng y D. Y. Jiang, «Measuring Mechanical Properties of Zirconia Dentals Crowns by Nanoindentation» *Keey Engineering Materials*, vol. 591, pp. 150-153, 2013.
- [10] L. Rincón-Kohli y P. K. Zysset, «Multi-axial mechanical properties of human trabecular bone» *Biomechanics and Modeling in Mechanobiology*, vol. 8, p. 195-208, 2009.