

Caracterización mecánica del poliéter-éter-cetona (PEEK 450 Natural) mediante fabricación aditiva para la manufactura de dispositivos médicos

Efrén Vázquez-Silva¹, Jonnathan Andrés Pintado-Pintado²

¹Grupo de Investigación en Nuevos Materiales y Procesos de Transformación (GIMAT), Facultad de Ingeniería Mecánica, Universidad Politécnica Salesiana sede Cuenca, Ecuador. Email: evazquez@ups.edu.ec

²Grupo de investigación en Nuevos Materiales y Procesos de Transformación (GIMAT), Facultad de Ingeniería Mecánica, Universidad Politécnica Salesiana sede Cuenca, Ecuador. Email: jpintadop1@est.ups.edu.ec

Resumen

En la presente investigación se caracteriza mecánicamente el Poliéter-éter-cetona (PEEK 450 Natural) mediante fabricación aditiva y ensayos de tracción y compresión siguiendo las normas ASTM D638-14 y ASTM D695-15 respectivamente. El diseño tridimensional de los especímenes se realizó con el software CAD Inventor. Se aplicó un pos procesador que permite generar el código G que contiene la información necesaria para la fabricación mediante el método aditivo. En el proceso de impresión 3D se controló el parámetro de densidad del relleno, considerando tres configuraciones: 40%, 70% y 100%, con un patrón rectilíneo. La densidad de llenado es un parámetro relevante en la fabricación de dispositivos para aplicaciones médicas porque puede afectar los procesos de osteointegración. Los resultados obtenidos facilitan el análisis del comportamiento de tensiones máximas en función de las densidades de relleno consideradas. Es decir, es posible evaluar qué densidad de llenado es suficiente para dispositivos médicos específicos que deben soportar cargas de tracción y compresión.

Palabras clave: poliéter-éter-cetona; manufactura aditiva; densidad de relleno; modelado por deposición fundida.

Abstract

In the present investigation, the Polyether- ether- ketone (PEEK 450 Natural) is mechanically characterized through additive manufacturing, and tensile and compression tests following the ASTM D638- 14 and ASTM D695-15 regulations respectively. The specimens' three-dimensional design was made with CAD Inventor software. A post-processor was applied that allows the generation of the G code containing the necessary information for manufacturing through the additive method. In the 3D printing process, the infill density parameter was controlled, considering three configurations: 40%, 70% and 100%, with a rectilinear pattern. Filling density is a relevant parameter in the manufacturing of devices for medical applications because it can affect osseointegration processes. The obtained results facilitate the analysis of the maximum stress behaviour depending on the filling densities considered. That is, assessing what filling density is sufficient for specific medical devices that must withstand tensile and compression loads is possible.

Keywords: polyether- ether- ketone; additive manufacturing; filling density; fused deposition modelling.

1. Introducción

La fabricación aditiva mediante modelado por deposición fundida (FDM) genera gran interés debido a las diversas posibilidades que presenta desde el punto de vista de aplicaciones, en términos ecológicos por ahorro de material y reducción de costes. En medicina, se utilizan diversos materiales poliméricos para la

producción de dispositivos médicos, incluidos modelos de prueba anatómicos, guías de corte e implantes personalizados. El poliéter-éter-cetona (PEEK) es un material ampliamente utilizado en aplicaciones médicas. Viene en diferentes grados, incluidas variantes de grado industrial y médico.

Dos líneas punteras de investigación en este campo responden a las prestaciones de biocompatibilidad y

propiedades mecánicas de los materiales utilizados en estas aplicaciones médicas. Por ello, en ingeniería es importante conocer las respuestas de estos polímeros ante situaciones de carga. En [1] se propone una clasificación de las propiedades mecánicas de los polímeros de la familia PEEK, y se realiza una comparación con otros polímeros actuales para determinar su versatilidad en aplicaciones biomédicas. Los autores reportan una tensión máxima de tracción de 100 MPa para PEEK-OPTIMA de grado médico, sin especificar cómo se realizaron las pruebas mecánicas. En [2] los autores analizan la realización de pruebas directas sobre prótesis dentales de PEEK, fabricadas por inyección. Se obtuvo una tensión máxima de tracción de 89,6 MPa. El trabajo [3] informa sobre la aplicación de estructuras fabricadas en PEEK-OPTIMA para la elaboración de prótesis CAD-CAM implanto soportadas. En este caso se obtiene un valor de 135 MPa para la tensión de compresión máxima y la aplicación corresponde a odontología.

En los trabajos mencionados anteriormente, las condiciones bajo las cuales se desarrollaron los ensayos mecánicos no están especificadas.

En el artículo [4], se empleó FDM para fabricar muestras de PEEK para realizar ensayos de tracción e investigar la relación entre varias condiciones de procesamiento térmico en el proceso FDM, tales como el ángulo de trama, la temperatura de la boquilla, la temperatura ambiente, la temperatura de tratamiento térmico posterior, y las propiedades mecánicas del PEEK puro. En este trabajo se asumen las propiedades mecánicas del filamento de impresión, según norma ISO 527; pero tampoco se aclara sobre las probetas ensayadas.

En [5] las piezas estándar de PEEK se imprimieron en 3D, también mediante el método FDM, para pruebas de flexión y compresión, controlando el diámetro de la boquilla, la temperatura de la boquilla y la velocidad de

ensayos de compresión de probetas cilíndricas (altura: 10 mm, diámetro: 5 mm)

Se sabe que el PEEK impreso en 3D exhibe una excelente resistencia a la flexión y a la tracción. En el estudio [6], los autores encontraron que las propiedades mecánicas del material pueden verse afectadas por factores como la temperatura y la velocidad de impresión. Además, la naturaleza bioinerte del PEEK puede dificultar la unión adhesiva. También se ofrecen opciones para mejorar la fuerza de la unión. Se proporciona una descripción completa del progreso de la investigación sobre las propiedades mecánicas del PEEK para aplicaciones dentales.

En una revisión sistemática realizada por Moby ([7]), se establecieron parámetros óptimos de impresión para elementos PEEK impresos en 3D FDM con propiedades mecánicas adecuadas para restauraciones dentales. Los estudios seleccionados fueron difíciles de comparar debido a la

variabilidad de los parámetros de impresión y los tipos de PEEK. Parece interesante utilizar una alta tasa de relleno, una alta temperatura de la cámara cercana a la temperatura de impresión y un post-tratamiento térmico para obtener elementos 3D PEEK que presenten propiedades adaptadas para su uso el tipo de aplicación considerada.

La presente investigación se centra en cómo la densidad del relleno utilizado en el proceso de impresión 3D aplicando tecnología FDM puede afectar a las propiedades mecánicas de probetas fabricadas con PEEK 450 natural (también conocido como PEEK de grado industrial). Esto es en consideración de los diversos hallazgos informados en la literatura especializada sobre los parámetros que deben controlarse en el proceso de impresión 3D. Los ensayos de tracción y compresión realizados cumplen con la normativa para el estudio de materiales poliméricos termoplásticos. Los resultados obtenidos ayudan a



Figura 1. Impresora Intamsys Funmat PRO410 3D. Fuente: INTAMSYS TECHNOLOGY CO., LT.

impresión. La densidad y precisión dimensional de las piezas impresas fueron evaluadas de acuerdo con la norma ISO 178 para probetas de flexión de tres puntos en forma de barras pequeñas (longitud: 18 mm, ancho: 6 mm, altura: 2 mm), y la norma ISO 604 para los

comprender el rendimiento de los dispositivos médicos personalizados manufacturados con el PEEK 450 natural.

2. Experimentos y métodos

2.1. Equipos y materiales

Las probetas se fabricaron utilizando una impresora 3D Intamsys Funmat PRO410 (Figura 1). Los datos técnicos del equipo se resumen en la Tabla 1.

Tabla 1. Datos técnicos de la impresora Funmat PRO410.

Equipo.	
Dimensiones.	720 × 670 × 1640 mm
Peso.	200 kg
Fuente de alimentación.	220 V , 9 A , 2000 W
Impresión 3D.	
Volumen de impresión.	305 × 305 × 406 mm
Conectividad.	WiFi, Internet, USB
Grosor de capa.	50 µm
Resolución X-Y-Z.	0.0016 mm
Diámetro del filamento.	175 mm
Diámetro de la boquilla.	0.2, 0.4, 0.6, 0.8 mm
Entrada.	220 V, 12 A
Software.	
Archivos.	.stl, .obj
Software.	INTAMSUITE, simplify3D, Cura
Sistema Operativo.	Windows
Temperaturas.	
Cámara.	90°C
Bandeja de impresión.	160 °C
Extrusor.	500 °C

Fuente: INTAMSYS TECHNOLOGY CO., LT.

Las probetas se imprimieron en PEEK 450 natural, de la empresa Apium Additive Technologies. Las

Tabla 2. Propiedades del filamento PEEK natural 450 a 23 °C.

Propiedades mecánicas.	
Resistencia a la tracción.	98 MPa (ISO 527)
Resistencia al alargamiento.	45 % (ISO 527)
Módulo de Young.	4000 MPa (ISO 527)
Resistencia al impacto.	7 kJ m ² (ISO 179-1eU)
Propiedades térmicas.	
Temperatura de fusión.	343 °C (DIN 53765)
Temperatura de transición vítrea.	143 °C (DIN 53765)
Temperatura de descomposición.	550 °C

Fuente: Apium Additive Technologies.

Las pruebas destructivas con las probetas de PEEK natural 450 se realizaron en el laboratorio de Ingeniería Civil de la Universidad Politécnica Salesiana. La figura 2 muestra la máquina de ensayo universal utilizada.

2.2. Preparación de las probetas

Las probetas para los ensayos de tracción y compresión se diseñaron con ayuda del software AutoCAD siguiendo las normas expuestas en [8] y [9], respectivamente.

Las dimensiones de la probeta para el ensayo de tracción se eligieron con base en la descripción de la

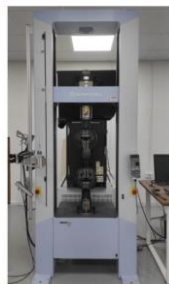


Figura 2. Máquina universal para ensayos de tracción, compresión y flexión. Fuente: Laboratorio de Ingeniería Civil, Universidad Politécnica Salesiana.

propiedades del filamento se resumen en la Tabla 2.

probeta Tipo V en la norma ASTM D638-14, adecuada cuando la cantidad de material es limitada. La geometría de este tipo de probetas se puede observar en la Figura 3. Las dimensiones de las probetas para el ensayo de compresión se eligieron con base en la

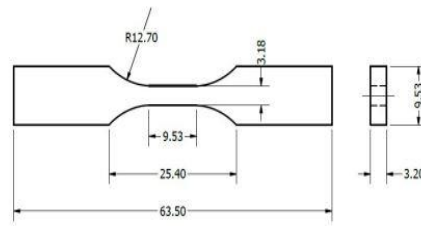


Figura 4. Geometría y dimensiones de la probeta para ensayo de tracción. Fuente: [10].

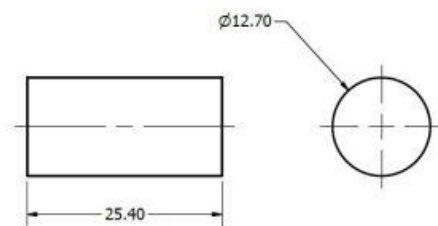


Figura 3. Geometría y dimensiones de la probeta para ensayo de compresión. Fuente: [10].

norma ASTM D695-15. La geometría de este tipo de probetas se puede observar en la Figura 4.

El modelado CAD fue desarrollado en el software Inventor Professional, que ofrece facilidades para el desarrollo de piezas 3D y permite la exportación del archivo al formato STL, necesario para obtener el código G de forma directa y sencilla. La Figura 5 muestra los modelos CAD para imprimir las probetas para las pruebas consideradas

compresión se realizó con una celda de carga de la misma marca y capacidad de carga. La velocidad estándar para esta prueba fue de 1,3 mm/min, con una duración de 6 minutos para cada probeta (ver Figura 6).

2.4. Resultados y discusión

Las Tablas 3 y 4 registran los valores promedio para cada propiedad mecánica, para los lotes de probetas ensayadas en tracción y compresión, respectivamente.

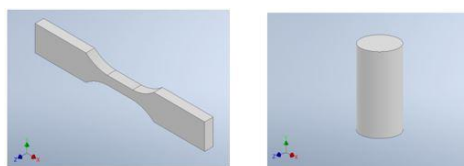


Figura 5. Modelado CAD 3D: muestra para ensayos de tracción (izquierda) y ensayos de compresión (derecha). Fuente: elaboración propia.

2.3. Ensayos de tracción y compresión

La caracterización mecánica de las probetas de PEEK 450 natural se realizó siguiendo la normativa ASTM. Los experimentos se desarrollaron considerando las etapas descritas en [10]. El ensayo de tracción se realizó con un extensómetro MWG marca Shimadzu, con capacidad de fuerza de 20 kN. La velocidad de prueba fue de 1 mm/min. La duración de la prueba fue de 10 minutos para cada probeta. La prueba de

El parámetro que se controló, en la fabricación de las probetas, fue la densidad de relleno. Los valores considerados en la impresión 3D fueron 40%, 70% y 100%.

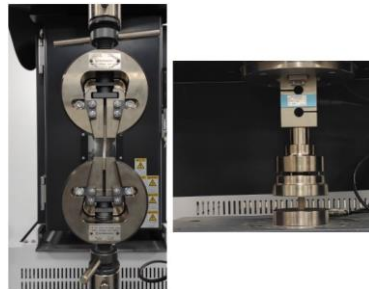


Figura 6. Desarrollo de pruebas: tracción (izquierda), compresión (derecha). Fuente: Laboratorio de Ingeniería Civil, Universidad Politécnica Salesiana.

Tabla 3. Esfuerzos máximos promedio en ensayos de tracción.

Probeta	Densidad de relleno (%)	Esfuerzo máximo (MPa)	Módulo elasticidad (MPa)	Esfuerzo fluencia (MPa)	Alargamiento (%)
1-7	40	63.34	2127.04	58.87	4.85
8-14	70	64.4	2294.22	53.71	4.55
15-21	100	63.95	2436.67	49.05	4.27

Fuente: Autores.

Tabla 4. Esfuerzos máximos promedio en ensayos de compresión.

Probeta	Densidad de relleno (%)	Esfuerzo máximo (MPa)	Módulo elasticidad (MPa)	Alargamiento (%)
1-7	40	58.09	149.47	15.76
8-14	70	78.77	162.06	20.5
15-21	100	107.53	147.47	2029

Fuente: Autores.

2.5. Análisis estadístico

(ANOVA), a saber, la densidad de relleno en la impresión de las probetas, medida en tres niveles: 40%, 70% y 100%. Además, en los análisis se consideró un nivel de confianza del 95% para los resultados de los ensayos de tracción y compresión.

2.5.1. ANOVA para la tensión máxima en el ensayo de tracción

El análisis de varianza mostró un p-valor igual a 0.875, mayor que 0.05. Por lo tanto, no existen evidencias de diferencias estadísticamente significativas en el estrés máximo promedio para los tres niveles de medición del factor. Además, la prueba de Rango Múltiple mostró homogeneidad dentro de los tres grupos. Mientras que el p-valor para la prueba de Kruskal-Wallis se obtuvo igual a 0.261972. Ambas técnicas corroboran la no incidencia de la densidad de relleno sobre la variable observada.

En la Figura 7 se puede observar que la tensión máxima no varía significativamente en función de la densidad

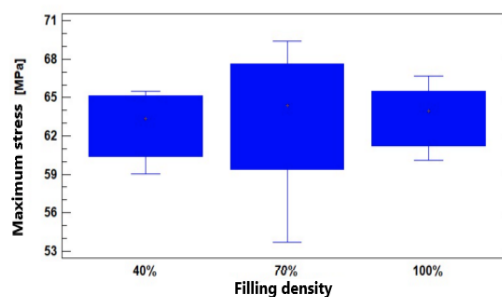


Figura 7. Valores máximos de tensión según la densidad de relleno para ensayos de tracción. Fuente: elaboración propia.

En esta sección se exponen los resultados de la aplicación de un análisis de varianza de un factor

de relleno. Es decir, el PEEK 450 natural caracterizado mediante fabricación aditiva presenta una resistencia a la tracción muy similar para densidades de relleno del

40% y 100%, con valores de 63.34 MPa y 63.95 MPa respectivamente. Mientras que al 70% de relleno el valor de resistencia es algo mayor (alrededor de 64 MPa).

En el trabajo [1] se presenta una clasificación de las propiedades mecánicas de la familia de polímeros PEEK, y una comparación con otros polímeros biomédicos, para determinar su versatilidad en aplicaciones en medicina. Aquí se informa una tensión de tracción máxima de 100 MPa para PEEK-OPTIMA de grado médico, médico sin especificar cómo se ejecutaron los ensayos. Además, el autor Hernán Díaz [2] informa sobre la realización de pruebas directamente sobre prótesis dentales de PEEK, fabricadas por inyección, y se obtuvo una tensión máxima de tracción de 89.6 MPa. También es un valor diferente al obtenido para el PEEK 450 natural. Estas diferencias podrían estar relacionadas con que las pruebas a las que se refiere la presente investigación se realizaron siguiendo determinados estándares para ensayos con materiales poliméricos, factor sobre el que no se especifica en las fuentes citadas.

2.5.2. ANOVA para la tensión máxima en el ensayo de compresión

del relleno: 57.79 MPa para 40% de relleno, 78.77 MPa para 70% de relleno y 107.53 MPa para 100% de relleno.

En [3] se analiza la aplicación de estructuras PEEK para la preparación de prótesis CAD-CAM implanto soportadas. En esta fuente se reporta un valor de 135 MPa para la tensión de compresión máxima del PEEK-ÓPTIMA implantable. Nuevamente este valor difiere del obtenido en la presente investigación. Y las razones podrían ser las mismas.

2.6. Conclusiones

Se modelaron e imprimieron probetas para ensayos de tracción y compresión con PEEK 450 natural mediante fabricación aditiva. El dimensionamiento y geometría de las probetas se realizó siguiendo las normativas para la realización de ensayos destructivos con materiales termoplásticos. Para imprimir las probetas fue necesario controlar parámetros comunes de este proceso, como la temperatura ambiente, la humedad ambiental y la velocidad de impresión, ya que influyen directamente en la calidad de las probetas. Y desde el punto de vista de la variación de las propiedades mecánicas, la variable controlada fue la densidad de

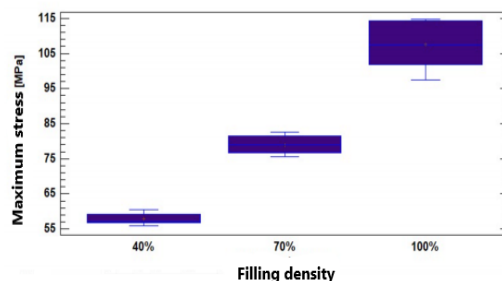


Figura 8. Valores máximos de tensión según la densidad de relleno para ensayos de compresión. Fuente: elaboración propia.

En este caso, el análisis de varianza mostró un p-valor nulo, inferior a 0.05. Por lo tanto, existen evidencias de diferencias estadísticamente significativas en el estrés máximo promedio para los tres niveles de medición del factor.

La prueba de Rango Múltiple mostró falta de homogeneidad dentro de los tres grupos.

Se obtuvo el p-valor, para la prueba de Kruskal-Wallis, igual a 0.00014 aproximadamente. Estos dos métodos corroboran la incidencia de la densidad de relleno sobre la variable observada. En la Figura 8 se puede observar que la tensión máxima varía en función de la densidad de relleno. Así, el PEEK 450 natural caracterizado por fabricación aditiva tiene una resistencia a la compresión directamente proporcional a la densidad

relleno de material de soporte interno de las probetas.

Se realizaron ensayos de tracción y compresión con base en las normas ASTM D638 y ASTM D695, obteniendo el comportamiento de diferentes propiedades como tensión máxima, módulo de elasticidad, límite elástico y alargamiento. Y el análisis estadístico de los resultados se centró en el estrés máximo.

El PEEK 450 natural es un polímero considerado para uso industrial, pero si es posible y factible realizar un proceso de biocompatibilización, este material también podría aplicarse como materia prima para la impresión de dispositivos médicos personalizados, si los requisitos para los mismos fueran los siguientes:

- Si no se requiere que las tensiones máximas de tracción superen los 64 MPa, entonces

sería suficiente fabricarlo con una densidad de relleno del 40%.

- Si el dispositivo médico va a ser sometido a fuerzas de compresión, entonces se debe estimar la carga máxima que debe soportar, para establecer una densidad de llenado adecuada.

La presente investigación podría continuarse en varias direcciones, entre las que se destacan analizar el comportamiento mecánico del PEEK 450 natural para densidades de relleno diferentes a las consideradas. Estudiar el comportamiento mecánico del PEEK 450 natural frente al impacto. Realizar pruebas destructivas en PEEK de grado médico; pero de acuerdo con los estándares establecidos, para que sea posible una comparación mecánica efectiva con el comportamiento obtenido para PEEK 450 natural de grado industrial. Realizar pruebas destructivas directamente en dispositivos médicos para implantes manufacturados con PEEK 450 natural.

3. Referencias

[1] Jorge Clavería Gracia and José Antonio Puértolas Rafales. Peek: implantes biomédicos. Máster Universitario en Ingeniería Biomédica, 2011.

[en línea] Disponible en:

<https://zaguan.unizar.es/record/6007>

[2] Ethan Hernández Bernal. Análisis de prótesis dentales de peek fabricadas por inyección. Tesis de Máster Universitario en Diseño y Fabricación Integrada Asistidos por Computador-Máster Universitari en Disseny i Fabricació Integrada Assistits per Computador, 2021. [en línea]

Disponible: <https://riunet.upv.es/handle/10251/178612>

[3] Jorge Ortega Martínez et al. Aplicación de las estructuras de peek para la confección de prótesis cad-cam implanto-soportadas. estudio in-vitro. Tesis Doctoral, 2018. [en línea] Disponible en:

<https://www.tdx.cat/handle/10803/599760#page=3>

[4] Yachen Zhao, Kai Zhao, Yuchan Li, and Fei Chen. Mechanical characterization of biocompatible peek by fdm. Journal of Manufacturing Processes, 56:28–42, 2020.

[5] Yiqiao Wang, Wolf-Dieter Müller, Adam Rumjahn, Franziska Schmidt, and Andreas Dominik Schwitalla. Mechanical properties of fused filament fabricated peek for biomedical applications depending on additive manufacturing parameters. Journal of the mechanical behavior of biomedical materials, 115:104250, 2021.

[6] Chengfeng Luo, Ying Liu, Bo Peng, Menghao Chen, Zhaogang Liu, Zhanglong Li, Hai Kuang, Baijuan Gong, Zhimin Li, and Hongchen Sun. Peek for oral applications: Recent advances in mechanical and adhesive properties. Polymers, 15(2):386, 2023.

[7] Vanessa Moby, Lucien Dupagne, Vincent Fouquet, Jean-Pierre Attal, Philippe François, and Elisabeth Dursun. Mechanical properties of fused deposition modeling of polyetheretherketone (peek) and interest for dental restorations: A systematic review. Materials, 15(19):6801, 2022.

[8] ASTM International. Standard test method for tensile properties of plastics. ASTM international, 2014.

[9] D ASTM et al. Standard test method for compressive properties of rigid plastics. ASTM materials standards, 2002.

[10] CF Urresta. Caracterización de las propiedades mecánicas de materiales impresos mediante la técnica de impresión 3d fused deposition modeling (fdm). Trabajo de grado previo a la obtención del título de ingeniero en mecatrónica, 2020.

[en línea] Disponible en:

<http://repositorio.utn.edu.ec/handle/123456789/10301>

[11] Tomás Vlado Vukasovic Herrero. Caracterización de Probetas de Termoplástico Fabricadas Mediante Impresión 3D. PhD thesis, 2018.

[en línea] Disponible en:

<https://www.proquest.com/openview/d216e1cb3b9f3f28e3c4ab1824e3f448/1?pq-origsite=gscholar&cbl=2026366&diss=y>