

# 2

## Efecto del granallado en la rugosidad superficial del Ti c.p.

---

*“La imagen se vuelve más clara cuanto mayor se hace la distancia. Con la máxima claridad posible se distinguen los menores detalles. Es como si, al mismo tiempo, se mirase por un telescopio en posición inversa y por un microscopio”*

Los anillos de Saturno  
W.G. Sebald

### 2.1. Introducción

#### 2.1.1. Ámbito

La terapia implantológica ha conseguido ser ampliamente aceptada en la comunidad odontológica y, como consecuencia, se ha convertido en una alternativa real para la rehabilitación de los pacientes parcial o totalmente edéntulos. Este hecho ha sido posible gracias a los éxitos alcanzados durante los últimos 25 años con un amplio número de diferentes tipos de implantes, especialmente aquellos que son roscados y de Ti c.p.

Actualmente, los esfuerzos de la comunidad investigadora se centran en la mejora de los resultados tanto a corto como a largo plazo: fiabilidad, durabilidad y reproducibilidad; en definitiva, mayor eficacia. Estos esfuerzos, dejando a parte la innovación en las técnicas quirúrgicas, se han materializado en dos tendencias que persiguen facilitar y extender el uso de los implantes dentales entre todos los odontólogos [BBL98]:

(1) Reducir los tiempos de curación. El reto es conseguir estabilidad funcional del implante en el menor tiempo posible gracias a una mejor respuesta del tejido óseo; y

(2) Posibilitar la colocación de implantes más cortos, es decir, más manejables y para más número de situaciones. Este hecho genera el reto de fabricar implantes con menor superficie nominal, pero capaces de alcanzar una estabilidad mecánica satisfactoria, sobre todo a largo plazo.

Para la mejora de las prestaciones del implante de acuerdo con estas tendencias de investigación, la principal estrategia seguida es la obtención de superficies rugosas de Ti c.p.

Los primeros estudios clínicos de Predecki y col. [PAS72]; [PSA72] obtuvieron resultados que motivaron un gran número de investigaciones sobre la relación entre rugosidad y curación del tejido óseo. En la actualidad, está ampliamente aceptado que la rugosidad superficial de un implante es un factor determinante de su calidad superficial, cualquiera que sea el material del que esté fabricado o su aplicación [BUS01]. Los cambios topográficos de la superficie tienen influencia significativa en la cascada de eventos que llevan a la aceptación del mismo por parte del huésped [BDL01], desde la adsorción de proteínas hasta la mineralización de la matriz extracelular del tejido óseo, pasando por la adhesión, proliferación y diferenciación, tanto de los osteoblastos como de los osteoclastos. Todo ello conlleva una mayor rapidez en los procesos de curación y, por lo tanto, una más rápida y biológicamente más eficaz osteointegración [WEN96].

Asimismo, el movimiento en la interfaz entre el hueso y el implante impide la curación del hueso y, de hecho, promueve la lisis del tejido. La interdigitación del tejido óseo con una apropiada topografía superficial reduce de forma efectiva el movimiento interfacial [REC90]; [REC91]. Este factor promueve la curación del hueso en contacto directo con el implante y, como consecuencia, mejora la fijación a largo plazo del mismo [RBS99].

De los comentarios previos se deduce que la topografía superficial es una variable importante en el funcionamiento del implante. Por lo tanto, ésta, en primer lugar, se debe caracterizar y controlar adecuadamente; y, posteriormente, correlacionarla con la respuesta biológica del implante.

En el caso concreto de los implantes dentales, ya se han llevado a cabo un número apreciable de estudios de caracterización de la rugosidad para correlacionarla con la respuesta *in vivo* [CRA88]; [WCS90]; [BSS91]; [HBS91]; [GNH92]; [EJB94]; [GWJ95]; [WAA95a]; [WAA95b]; [WAJ96]; [WAL96]; [WEN96]; [CBL97]; [KNA97]; [PBT97]; [WEA97]; [BNH98]; [CSL98]; [WHJ98]; [BNO99]; [ROE02]. Haciendo un resumen de los resultados se puede concluir que, actualmente, hay suficientes evidencias para considerar que, comparados con implantes pulidos o mecanizados, los implantes dentales de Ti c.p. microrugosos mejoran la osteointegración, ya que:

- (1) alcanzan de manera más rápida la osteointegración,
- (2) muestran mayores porcentajes de hueso en contacto directo con el implante, y
- (3) aumentan la resistencia al aflojamiento, puesto que se necesitan pares de torsión superiores para su extracción.

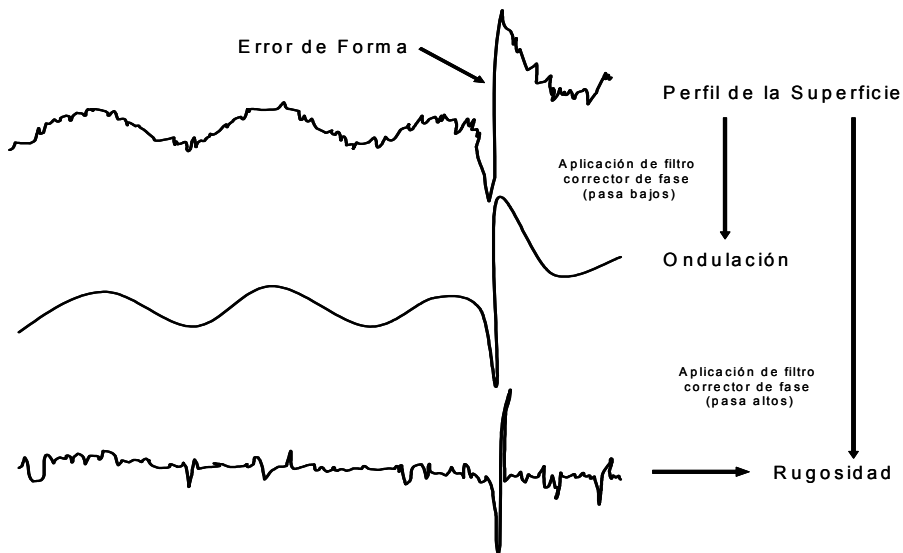
Sin embargo, estos estudios no han sido, en la mayoría de los casos, rigurosos con respecto a la selección y el análisis de las técnicas de caracterización de la topografía elegidas, ni han permitido acotar con confianza el rango de rugosidades para las cuales la respuesta biológica es la más adecuada. De todos ellos, sólo los llevados a cabo por Wennerberg y Albrektsson en el Departamento de Biomateriales de la Universidad de Goteborg, han establecido criterios comunes para la caracterización de la topografía de las superficies [WAU92]. Asimismo, estos autores han referido un posible rango de valores de rugosidad óptimo para la osteointegración del implante dental [WAA95a]. No obstante, incluso en este caso, y dada la limitación en el rango de rugosidades estudiado por Wennerberg durante su trabajo de Tesis Doctoral [WEN96], parece necesario un estudio más detallado de las variables que influyen en la rugosidad y cómo ésta influye en la respuesta biológica del tejido óseo. Asimismo, el muy reciente estudio de Ronold y Ellingsen [ROE02] también estableció un valor de rugosidad óptimo respecto a la fuerza de fijación del implante, pero este estudio no caracterizaba con precisión la rugosidad y, asimismo, las diferencias encontradas para las distintas rugosidades fueron claramente no estadísticamente significativas.

A continuación se introducen los conceptos de topografía y rugosidad, así como las técnicas para su caracterización, especialmente la perfilometría de contacto. Asimismo, en el Apartado 2.1.3 se analizan las variables del tratamiento de granallado seleccionadas para su estudio en este Capítulo, en particular; y en la Tesis, en general.

### 2.1.2. La topografía superficial y la rugosidad

La topografía se puede definir como la morfología o configuración de una superficie. Se debe diferenciar entre dos características topográficas básicas: la rugosidad y la textura. Sin embargo, esta última no será objeto de estudio en este trabajo puesto que representa cualquier serie de configuraciones (surcos, cantos, crestas, colinas, valles, poros, etc.) dispuestas deliberadamente por medio de un mecanizado, sinterización o grabado de la superficie. Estas configuraciones se distribuyen de forma regular con dimensiones y distribuciones definidas. Como el granallado no permite obtener este tipo de topografías, el estudio de las mismas, en nuestro caso, se limita al estudio de la rugosidad.

Todas las superficies contienen irregularidades o asperezas de diferente longitud de onda que se superponen a la forma de la pieza, que definen su topografía y que se pueden dividir en tres categorías (Ver Figura 2.1) [THO82]; [BEM89]: (1) rugosidad, (2) ondulación y (3) error de forma. La rugosidad incluye las irregularidades de corto alcance en el espacio y la textura superficial inherente al proceso de fabricación. La rugosidad está creada por valles y picos de amplitud variable y espaciado superior a las dimensiones moleculares. La ondulación superficial consiste en irregularidades de la superficie de espaciado superior a la rugosidad; mientras que el error de forma es una desviación grande de la forma nominal de la pieza. Las técnicas cuantitativas de medida de la rugosidad hacen uso de filtros de corrección de fase, en la mayoría de los casos de tipo Gaussiano [WEN96], para separar la ondulación y los errores de forma de la rugosidad [WHI94].



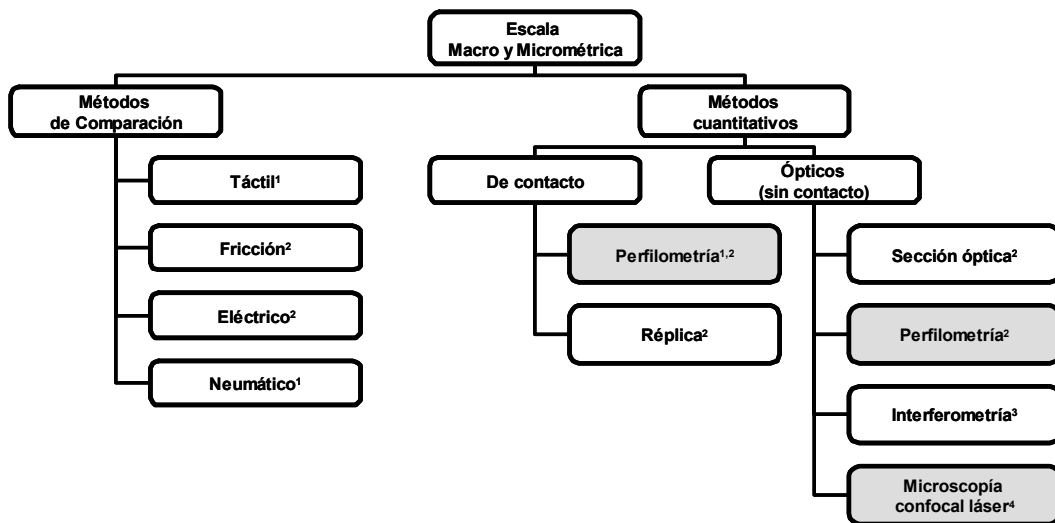
**Figura 2.1** Representación de las diferentes categorías en que se pueden dividir los detalles topográficos de rugosidad de una superficie: rugosidad, ondulación y error de forma.

Las irregularidades superficiales, y por lo tanto la rugosidad, es el resultado acumulativo de algunos, o todos, de los siguientes factores: la estructura cristalina, el proceso de fabricación, y la ingeniería de superficies aplicada, como puede ser el ataque ácido, el rectificado, el recubrimiento con proyección por plasma o el granallado, por poner algunos de los ejemplos más empleados en implantes dentales.

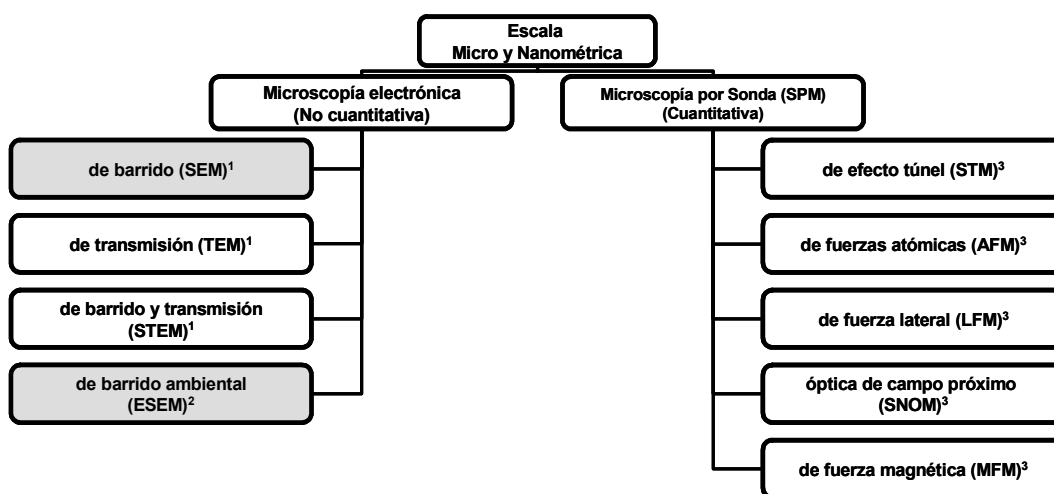
La rugosidad superficial se puede describir y cuantificar por métodos topográficos y se puede expresar como el resultado de efectuar mediciones sobre el perfil (2D o 3D) de la superficie. Para ello, existen muchas técnicas de caracterización de la rugosidad superficial, algunas de ellas sofisticadas y otras que sólo proveen de una información limitada. A continuación, se expone una breve descripción de algunos de los métodos más empleados.

### 2.1.2.1. Métodos de caracterización de la rugosidad superficial

En las Figuras 2.2 y 2.3 se detalla una clasificación de la múltiple variedad de tecnologías aplicables para la caracterización de la rugosidad y en la Tabla 2.I se presenta un resumen de las más utilizadas y significativas, con unos breves comentarios de sus ventajas e inconvenientes.



**Figura 2.2** Clasificación de las múltiples metodologías que se pueden emplear para la caracterización de la topografía de una superficie en la escala macrométrica y/o micrométrica. Las técnicas que se han empleado en algún momento en esta Tesis Doctoral se ven sombreadas. <sup>1</sup> [MUM90]; <sup>2</sup> [DAG86]; <sup>3</sup> [MAD84]; <sup>4</sup> [VIS93].



**Figura 2.3** Clasificación de las múltiples metodologías que se pueden emplear para la caracterización de la topografía de una superficie en la escala micrométrica y/o nanométrica. Las técnicas que se han empleado en algún momento en esta Tesis Doctoral se ven sombreadas. <sup>1</sup> [BEM89]; <sup>2</sup> [DAN93]; <sup>3</sup> [WIE94].

Las técnicas están limitadas por la resolución lateral y/o vertical y la accesibilidad a los detalles de la superficie, además de por su longitud de medida máxima o el rango de área y/o de altura capaces de ensayar. Las limitaciones en consecuencia, provienen del principio físico en que está basado cada método [THO82]; [BEM89]; [STO94]; [WHI94]. Además, en el caso de las técnicas de contacto, como la microscopía de fuerzas atómicas o la perfilometría de contacto, las medidas experimentales pueden verse modificadas si se produce cierta distorsión de la superficie real ensayada [WHI94]. Por su parte, los métodos ópticos, como la interferometría, la microscopía confocal láser o la perfilometría óptica (estas dos últimas también utilizadas en otros Capítulos de esta Tesis Doctoral), presentan un riesgo alto de interferir con artefactos ópticos, tales como cantos agudos o pendientes elevadas [STO94]. Otros factores cruciales que influyen en el enfoque y, por lo tanto, en los valores medidos, son las superficies muy inclinadas y la baja reflectividad de las mismas [WIN93].

Tal y como defiende Stout [STO94], debido a la variedad de posibilidades que ofrecen las múltiples metodologías disponibles para el análisis de la topografía, así como el hecho de que todas poseen ciertas ventajas pero también ciertos inconvenientes, lo óptimo es realizar análisis de la rugosidad con distintas técnicas que permitan describir la superficie cualitativa y cuantitativamente, en todos los niveles dimensionales: macro, micro y nanométrico.

**Tabla 2.I** Técnicas de medición topográfica y/o rugosidad más utilizadas. En negrita se detallan las utilizadas en algún momento en esta Tesis Doctoral. Adaptado de [VWR01].

Método ( <i>Ambiente</i> )	Ventajas	Inconvenientes
<b>Perfilometría con punta palpadora.</b> ( <i>Aire</i> )	Muy utilizada. Normalizada (ISO, DIN, ...). Posibilidad de obtener perfiles bidimensionales de entre mm y cm con facilidad.	Resolución lateral limitada. Deforma las superficies blandas. Poco común para la caracterización tridimensional.
<b>Perfilometría con punta láser u óptica.</b> ( <i>Aire</i> )	No hay contacto mecánico: no destructiva. Obtención rápida de perfiles bidimensionales. Resolución: Vertical (ap.): 50 nm Lateral (ap.): 1 $\mu\text{m}$ Posibilidad de obtener perfiles bidimensionales de entre mm y cm.	Artefactos: Efectos ópticos en cantos agudos y reflexiones en áreas localmente brillantes. Muy lenta para conseguir perfiles tridimensionales (horas). Requiere superficies reflectoras.
Microscopía interferométrica. ( <i>Aire</i> )	No hay contacto mecánico: no destructiva. Rápida para conseguir perfiles tridimensionales (min). Resolución: Vertical (ap.): 1 nm Lateral (ap.): 0.2 $\mu\text{m}$	Para altas resoluciones laterales sólo es posible medir áreas muy pequeñas. Para grandes áreas se debe combinar añadiendo imágenes de alta resolución.
<b>Microscopía confocal láser.</b> ( <i>Aire</i> )	No hay contacto mecánico: no destructiva. Resolución: Vertical (ap.): 500 nm Lateral (ap.): 0.25 $\mu\text{m}$	Artefactos: para pendientes $>20^\circ$ . Necesidad de superficies reflectoras de la luz. Para altas resoluciones laterales sólo es posible medir áreas muy pequeñas.
<b>Microscopía electrónica de barrido.</b> ( <i>Alto vacío</i> )	Alta resolución: Vertical (ap.): 1 nm Lateral (ap.): 10 nm Alta profundidad de foco. Información morfológica. Análisis químico local (energía de dispersión de rayos X).	No proporciona información cuantitativa. Necesidad de recubrir las muestras no conductoras. Trabajo sólo en vacío.
<b>Microscopía electrónica de barrido ambiental.</b> ( <i>Bajo vacío con o sin vapor de agua</i> )	Alta resolución: Vertical (ap.): 1 nm Lateral (ap.): 10 nm Alta profundidad de foco. Información morfológica. Posibilidad de observar muestras hidratadas. Posibilidad de observar muestras no conductoras.	No proporciona información cuantitativa.
Microscopía de fuerzas atómicas. ( <i>Aire o Vacío</i> )	La más alta resolución tanto vertical como lateral (atómica a nm). Alta versatilidad en términos de condiciones de medida en diversos ambientes.	Limitando rango en dirección z (problemas con la rugosidad elevada). Artefactos: distorsión de la superficie por la forma de la punta, particularmente para superficies con relación de aspecto elevada. Generalmente sólo se miden pequeñas áreas

### 2.1.2.2. Métodos seleccionados para la caracterización de la rugosidad

La selección de los métodos de caracterización se ha hecho, en nuestro caso, en función de la disponibilidad de las técnicas de medida, así como aplicando el criterio básico de utilizar aquellos métodos más estudiados que:

- (1) pudiesen ser normalizados para facilitar la comparación de resultados,
- (2) permitieran una rápida obtención de resultados para que el método pudiese ser aceptado en la industria fabricante de implantes dentales y,
- (3) se adaptasen al tipo de medidas que se iban a realizar teniendo en cuenta el material a ensayar –Ti c.p.–, el tipo de tratamiento de superficie realizado –granallado– o lo que es lo mismo, el rango y tipo de rugosidad obtenido –rugosidades abruptas con su principal característica en el rango micrométrico–.

Adicionalmente, se tuvieron en consideración las recomendaciones de von Recum y col. [RBS99]. Estas recomendaciones establecen que son tres las metodologías de ensayo y evaluación que se deben hacer de manera rutinaria y básica para la caracterización de la topografía superficial: (1) la confirmación de la limpieza de la superficie, (2) la observación por microscopía electrónica y, finalmente, (3) la cuantificación de la rugosidad por medio de un método que permita dar resultados en el nivel de análisis deseado.

Con todos estos factores tomados en consideración, nuestra selección fue analizar la topografía superficial de manera cualitativa por medio de la microscopía electrónica de barrido (MEB), y de manera cuantitativa por perfilometría de contacto.

La superficie del Ti c.p. se evaluó primero con un MEB para obtener una visión general de la topografía de la superficie, su uniformidad, el rango aproximado de su rugosidad, la distribución espacial de su configuración, y la presencia de grandes artefactos, defectos o contaminantes. En cualquier caso, la técnica de observación por MEB únicamente nos permite obtener información cualitativa de la topografía y, aunque útil y necesaria, resulta insuficiente en caso de desear comparar las diferentes respuestas de diferentes superficies y, aún más, si se desea correlacionar determinada respuesta de funcionamiento (biológica o no) con la rugosidad de la pieza.

Por lo tanto se llevó también a cabo la cuantificación de la rugosidad con un perfilómetro de contacto.



### 2.1.2.3. Perfilometría de contacto (Rugosímetros)

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 de medidas.

Los métodos para la descripción topográfica de una superficie se han venido desarrollando desde 1918 [DAG86]. Por aquel entonces comenzó a ser necesario encontrar diseños óptimos para los componentes aéreos y como consecuencia se puso mucho interés en encontrar estructuras superficiales óptimas.

En 1936, un aparato comercial de medición de las superficies, llamado “Profilometer” fue diseñado por E. J. Abbot. Perfilómetro (“Profilometer”) es un nombre ampliamente utilizado en la actualidad, en los países anglosajones, para todos los instrumentos medidores con puntas mecánicas u ópticas. Aquí también se puede llamar, de forma genérica, rugosímetro.

En 1944, Reason presentó los principios básicos de los primeros perfilómetros de contacto. Algunos de esos principios son actualmente válidos en los modernos equipos con palpador.

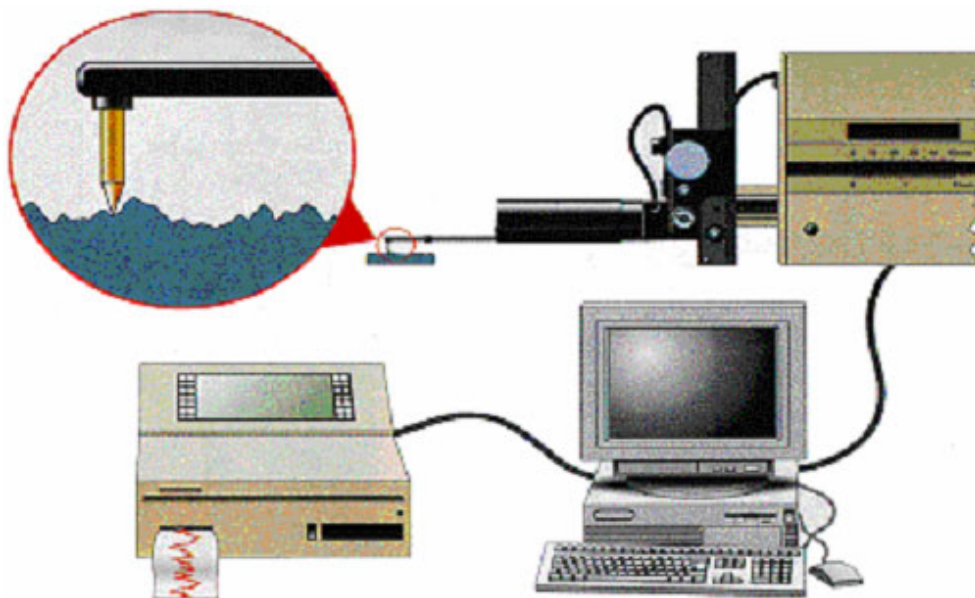
El principio de los rugosímetros de contacto es que una punta palpadora (normalmente de diamante) se desplaza sobre la superficie a medir a velocidad constante (se mueve o la superficie o el palpador). Se aplica una carga al palpador que asegura que la punta del palpador nunca pierde el contacto con la superficie. Los movimientos verticales del palpador se transforman en una señal eléctrica que se amplifica antes de convertirse en información digital que se visualiza como un perfil lineal bidimensional (2D) o un registro numérico tabulado (Figura 2.4).

El método de punta palpadora está ampliamente descrito [DAG86]; [MUM90]. En la actualidad, se han desarrollado también metodologías que permiten realizar análisis 3D con rugosímetros de contacto [BLJ00].

Las propiedades típicas para un aparato de este estilo son: punta palpadora de 90° (a veces de 60°), radio de la punta entre 2-10  $\mu\text{m}$ , resolución vertical entre 5-10 nm, resolución lateral de 0,5  $\mu\text{m}$ , fuerza de medición sobre 0,1-8 mN, velocidad de medición entre 0,5-1 mm/s, longitud de medición entre 50-100 cm y rango vertical de medición hasta 8 mm.

Las principales ventajas de esta técnica de caracterización de la rugosidad radican en que tiene un amplio rango de medición, con muchos años de experiencia y con disponibilidad

de acceder a normativas [ISO 11562:1996]; [ISO 4287:1997]; [ISO 4288:1996], siempre y cuando se trabaje en 2D.



**Figura 2.4** Representación esquemática del principio de funcionamiento y de obtención del perfil de rugosidad con un perfilómetro de contacto. Figura obtenida de [WEN96].

Las desventajas del método provienen, por una parte, de que la geometría de la punta puede influenciar el resultado. Pequeñas piezas, como por ejemplo tornillos, no se pueden medir sin destruir la pieza porque es imposible que la punta penetre en los fondos de los filetes de la rosca. El palpador se puede dañar con el resultado y se pueden inducir errores de medición. La otra problemática radica en que la punta palpadora raya, en mayor o menor medida, la superficie ensayada. La deformación plástica sobre la superficie depende de la presión de contacto de la punta palpadora, del radio del palpador y de las propiedades mecánicas de la superficie del material (dureza y elasticidad). Para los materiales blandos está recomendado utilizar radios de punta lo más grandes y cargas lo más pequeñas posibles. Cuando se desea medir la rugosidad de materiales blandos es mejor elegir una técnica de réplica o un método de no contacto. Este no es un problema en nuestro caso puesto que el Ti c.p. es suficientemente duro como para que las mediciones no se vean afectadas por este factor.

Todos los aspectos relacionados con la importancia que para la correcta metodología y para el correcto análisis de los resultados tienen las variables de ensayo –lugar de medición, número de mediciones, distancia y orientación entre las medidas, precisión de muestreo, filtros correctores de fase, longitudes de corte, longitud de muestra y de ensayo, etc.- así

como los parámetros elegidos para la descripción cuantitativa de la rugosidad  $-R_a$ ,  $R_y$ ,  $R_z$ , HSC,  $P_c$ , etc.- se detallan en los Apartados 2.3.2.3.2 y 2.5.

### 2.1.3. Variables de estudio en el granallado

El granallado o *shot blasting*, que ya ha sido introducido en el Apartado 1.4, es un método mecánico sencillo aplicado para modificar las propiedades de la superficie de un material, principalmente, la limpia y la hace rugosa.

El método se basa en bombardear la superficie del material con partículas duras abrasivas a gran velocidad. Estas partículas se pueden enviar en seco o embebidas en un líquido. Cuando las partículas impactan en la superficie provocan arranque del material y deformación plástica localizada. Lo primero se aprovecha para la limpieza de las superficies y lo segundo para hacer rugosa a la superficie, para eliminar defectos (rebabas, poros, microgrietas) de procesos de fabricación previos (mecanizado, moldeo), y para inducir una capa superficial de tensiones residuales de compresión [MKW95]; [LWW95]; [KMM98].

Cuando las variables del granallado se controlan específicamente, esta capa de tensiones residuales de compresión es de grosor y magnitud controlable y las propiedades mecánicas de fatiga y corrosión-fatiga de la pieza se pueden mejorar significativa y controladamente. Cuando se dan estas condiciones se habla de granallado de pretensión o *shot peening* [MKW87]. En este caso es indispensable que las partículas que se proyectan sean de forma esférica.

Como consecuencia de todas estas propiedades, el granallado es uno de los métodos más habituales para hacer rugosa la superficie de los implantes dentales de Ti c.p. [JON01], principalmente por su capacidad para obtener rugosidades en un gran rango de valores. Esto ha permitido también su aplicación continua en estudios de investigación con la intención de correlacionar los diferentes valores de rugosidad del Ti c.p. con su biointeracción. Un amplio resumen y gran número de referencias se pueden consultar en [LAU01].

Es importante hacer notar que no se han encontrado estudios que evalúen si el granallado afecta a la composición química y al grosor del óxido de titanio tratado, principalmente por la falta de métodos de caracterización adecuados para superficies tan rugosas. Sin embargo, debido a que los procesos de granallado no implican altas temperaturas y son llevados a cabo en agua o aire, se puede esperar que, de acuerdo con Lausmaa [LAU01], la superficie obtenida consista principalmente de una capa fina ( $<10$  nm) de  $TiO_2$ , probablemente con pequeñas trazas procedentes del material de las partículas de proyección.

Para el control de la respuesta del tratamiento se dispone de un gran número de variables. De todas ellas, las principalmente estudiadas en este Capítulo han sido el tamaño y la naturaleza de las partículas de proyección. Su influencia sobre la rugosidad del Ti c.p. se relacionará con la respuesta celular *in vitro*, objeto de estudio del Capítulo 3. Adicionalmente, se ha estudiado una variable tecnológica, la rotura de partícula, por su interés en la reproducibilidad y los costes del tratamiento.

### 2.1.3.1. Tamaño de las partículas de proyección

Esta es la variable más importante para el control de la rugosidad final de una superficie granallada, de tal manera que a medida que aumenta el tamaño, aumenta la rugosidad. Teniendo en cuenta el amplio intervalo de tamaños de partículas de los que se puede disponer en el mercado (entre 3 y 5600  $\mu\text{m}$ ), para las naturalezas de partículas más usadas industrialmente, se puede inferir el gran rango de rugosidades que se puede obtener. De esta manera, sobre el titanio y sus aleaciones para aplicaciones biomédicas se han estudiado tamaños de partículas desde tamaños con unos pocos micrómetros y que dejan rugosidades inferiores a  $R_a = 0,1 \mu\text{m}$  [PPE97], pasando por los que se pueden considerar tamaños medios entre 25-75  $\mu\text{m}$ , para rugosidades  $R_a = 0,5-1,5 \mu\text{m}$  [KHK92]; [WAL96]; [WAJ96]; [TJF97]; [BVT00], o mayores, de entre 200 y 600  $\mu\text{m}$ , para rugosidades  $R_a = 2-6 \mu\text{m}$  [BSS91]; [BNO99]; [HBT99] (Para consultar el significado del parámetro  $R_a$  ir al Apartado 2.3.2.3.2). También cabe señalar que hay autores que, inexplicablemente, no referencian el tamaño de las partículas que emplean en sus investigaciones [ACC97]; [PMW00]; [LOA01].

Sin embargo, los estudios encontrados en la literatura son muy dispersos y difícilmente comparables ya que otras condiciones del tratamiento y las técnicas de evaluación de la rugosidad no son coincidentes, ni tan sólo para estudios de los mismos grupos de investigación. Sólo los grupos de Textor [WIS01], Buser [BNO99] y Albrektsson [WAJ96] son coherentes en este aspecto. De ellos, sólo el de Albrektsson trabaja con un tratamiento de granallado como único tratamiento de superficie, y es el único que, como una de las conclusiones de la tesis de su alumna A. Wennerberg [WEN96], ha publicado un valor de rugosidad óptimo. Este valor óptimo se estableció en  $R_a = 1,5 \mu\text{m}$ , de acuerdo a sus resultados de histomorfometría en fémures de conejos. Por su parte, el rango de rugosidades estudiado no superó  $R_a = 2,1 \mu\text{m}$ . Sin embargo, Buser y col. [BNO99] obtuvieron mejores resultados para rugosidades superiores a este valor al implantar Ti c.p. granallado en minicerdos.

Es por ello que, en este trabajo, se ha intentado obtener un rango amplio de rugosidades (aprox. 1-10  $\mu\text{m}$ ), con el objetivo de determinar el valor de rugosidad óptimo para mejorar la respuesta biológica del implante dental.

Con este fin los tamaños de partículas seleccionados se clasifican en tres grupos:

(1) Tamaño pequeño. Para partículas abrasivas entre 125 y 300  $\mu\text{m}$ . Estos tamaños son del orden de los mayores utilizados por Wennerberg y Albrektsson en sus estudios [WAA95a]; [WA]96]; [WAL96].

(2) Tamaño mediano. Para partículas entre 425 y 600  $\mu\text{m}$ . Estos tamaños han de permitir obtener rugosidades medias similares a las que se consiguen cuando se recubre la superficie de un implante por proyección con plasma de titanio o hidroxiapatita [GMF90]; [BSS91]; [WES95]; [MSH95].

(3) Tamaño grande. Para partículas entre 1000-1400  $\mu\text{m}$ . Estos tamaños han de permitir alcanzar rugosidades medias aún mayores a las obtenidas con proyección por plasma. De esta manera, el rango de rugosidades estudiado abarcará valores que, hasta la fecha, no se conoce cuál es su efecto en la respuesta biológica.

### **2.1.3.2. Naturaleza de las partículas de proyección**

La segunda variable importante en el estudio es la naturaleza de las partículas de proyección. Debido a la alta energía en el impacto, algunas de las partículas rompen y partes de ellas quedan encastadas en la superficie del metal sin posibilidad de ser desencastadas ni con la limpieza en ultrasonidos, ni con el tratamiento de pasivado, ni con la esterilización. Por lo tanto, es inherente al método la “contaminación” de la superficie por parte de las partículas de proyección [DSL95]; [PMW00]; [OAS00].

En consecuencia, la naturaleza de las partículas seleccionadas para realizar el granallado deben ser suficientemente estables químicamente para que sean inertes en el medio biológico y, por lo tanto, biocompatibles [NAH91].

Es todavía discutido el efecto que tienen sobre la respuesta del implante. Hay autores que exponen que algunas de las partículas pueden soltarse dentro del medio biológico y, como consecuencia, pueden interferir en la correcta mineralización del huésped [GRS85]; [GNH92]. Sin embargo, otros autores [OPR96] sostienen que su presencia estimula la adhesión y la diferenciación celular.

Por otra parte, la heterogeneidad química que se genera en la superficie del implante puede comprometer las excelentes propiedades de resistencia a la corrosión que tiene el Ti c.p. en el medio fisiológico [FOG78]; [POU84].

Las naturalezas más utilizadas para el granallado de implantes dentales de Ti c.p. son la alúmina y la sílica, es decir, óxidos inertes y abrasivos [LAU01].

En cualquier caso, parece razonable pensar que una vía para evitar los posibles problemas asociados a la inevitable presencia de las partículas sobre las superficies granalladas es utilizar partículas de proyección de óxido de titanio [GNH92]; [GWJ95]; [WAA95b]; [CMW99]; [ROE02]. El Ti c.p. se recubre espontáneamente de este óxido, por lo que su utilización como granalla evitaría la heterogeneidad química de las superficies granalladas. Otra alternativa es el granallado con hidroxiapatita [RBH97]; [CGV05], la fase mineral del hueso, la cual tiene propiedades bioactivas. Estas propiedades se podrían aprovechar para evitar los posibles inconvenientes; incluso, aquellos en que algunas partículas puedan desencastarse y liberarse al tejido circundante. Sin embargo, esta última estrategia está prácticamente abandonada puesto que se han publicado estudios que ponen en evidencia las inadecuadas propiedades mecánicas de las partículas de hidroxiapatita, las cuales no eran suficientes como para generar rugosidades del orden de las deseadas para este estudio [IMN97]; [PMW00]; [MUI02].

Por otro lado, la naturaleza de la partícula es también relevante por la capacidad que cada una tiene para realizar trabajo durante el proceso; es decir, en función de sus propiedades mecánicas conseguirán más o menos rugosidad, arrancarán más o menos material y generarán más o menos tensiones residuales [LWW95]. Asimismo, en función de ello, las partículas se romperán más o menos.

Por último, relacionado con esta variable, se debe tener en cuenta la forma de las partículas. Las partículas se pueden clasificar en partículas con cantos agudos y partículas esféricas. La morfología de la rugosidad varía en función de la forma de las partículas [GIF90]; [MKK01] y, como consecuencia, podría afectar también a la respuesta celular [RBS99]. No todas las naturalezas de partículas se pueden obtener con las mismas formas y, como consecuencia, también es un factor a tener en cuenta para la selección [BAJ88]; [JAW88].

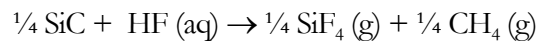
Teniendo en cuenta todas estas premisas, las naturalezas de partículas de proyección estudiadas en este Capítulo son:

(1) Óxido de aluminio – alúmina ( $Al_2O_3$ ). Este material es el más empleado y estudiado [KSW94]; [WAA95a]; [MSH95]; [WES95]; [WAJ96]; [WAL96]; [ACC97]; [WHJ98], se encuentra con facilidad en el mercado y, al ser un material muy utilizado para la fabricación de múltiples herramientas flexibles de corte rápido, así como material de pulido fino, su precio es de los más bajos dentro del campo de los abrasivos.

Hay autores [DSL95] que han atacado fuertemente este material, a pesar de su amplia aceptación, por sus posibles relaciones con enfermedades pulmonares, óseas y cerebrales [ALF84]. Sin embargo, estas relaciones se han asociado a la cesión de aluminio y no es previsible que desde la alúmina, que es un compuesto muy estable [WPW99], se ceda aluminio al organismo.

(2) Carburo de silicio (SiC). Estas partículas se seleccionaron por dos motivos. En primer lugar, igual que la alúmina, es muy utilizado en la industria del abrasivo para fabricar herramientas flexibles de corte rápido, y su precio es bajo, aunque mayor que el del óxido de aluminio. Además, es también un material cerámico que tiene contrastada su biocompatibilidad [NAH91].

La segunda razón por la que se ha seleccionado el SiC está relacionada con su capacidad para reaccionar con el ácido fluorhídrico. Este hecho se pretende aprovechar para realizar el pasivado de la superficie del Ti c.p. granallado con una mezcla de HF/HNO<sub>3</sub>; en lugar de utilizar el pasivado convencional con HCl. De esta forma se puede producir la reacción a temperatura ambiente :



Con este tratamiento se pretende que las partículas de SiC reaccionen con el ácido durante el pasivado, produciendo un efecto de limpieza superior en el material granallado. Esta limpieza se espera que sea completa en el caso óptimo.

(3) Óxido de circonio – circona (ZrO<sub>2</sub>). La circona, un óxido estable, se puede obtener en forma esférica, a diferencia de la alúmina y el SiC (JAW88). Esta es la única razón de su inclusión en el estudio, puesto que es un material tecnológico y, en consecuencia, caro.

(4) Óxido de titanio (TiO<sub>2</sub>). Buscando el efecto de ausencia de contaminación, comentado anteriormente, se pensó en incluir en el estudio esta naturaleza de partícula. Sin embargo, fue imposible encontrar en el mercado ese tipo de partículas en las granulometrías deseadas. Asesorados por una empresa líder en el sector de los abrasivos, se intentó conseguirlas a través de los grandes productores y distribuidores de Europa y Norteamérica. Sin embargo, el resultado de la búsqueda no fue exitoso.

El óxido de titanio, en su fase rutilo, es ampliamente utilizado en forma de polvo, en la industria de las pinturas como pigmento blanco. Esto implica que se puede conseguir en estos tamaños, es decir, en granulometrías muy pequeñas, inferiores a las empleadas en este estudio.

Todo ello, unido al hecho de que hay estudios previos proyectando partículas de esta naturaleza [GNH92]; [GWJ95]; [WAA95b]; [WAJ96], aunque con partículas de tamaños no superiores a los 25  $\mu\text{m}$ , nos motivó para fabricar nuestras propias partículas, en el laboratorio, con un método sencillo de sinterización a partir de polvo de  $\text{TiO}_2$ . Este método se describe en el Apartado 2.3.1.2.



## 2.2. Objetivos

Los objetivos de este Capítulo son:

- 1.- Identificar los parámetros y fijar las variables para la correcta cuantificación de la rugosidad superficial del Ti c.p. mediante perfilometría de contacto.
- 2.- Determinar la influencia que los distintos tamaños (125-300  $\mu\text{m}$ , 425-600  $\mu\text{m}$  y 1000-1400  $\mu\text{m}$ ) y naturalezas de partículas de proyección ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , SiC,  $\text{ZrO}_2$  y  $\text{TiO}_2$ ) tienen sobre la rugosidad del Ti c.p.
- 3.- Evaluar la contaminación superficial que se induce al granallar el Ti c.p. con las diferentes naturalezas de partículas de proyección.



## 2.3. Materiales y Métodos

### 2.3.1. Materiales

#### 2.3.1.1. Material base: propiedades y caracterización

El material base empleado ha sido Ti c.p. Grado III, de acuerdo con la norma ASTM F67-89. Los discos se han obtenido a partir de la mecanización de barras de 6 mm de diámetro del material referido.

La composición química y tolerancias del Ti c.p. Grado III, de acuerdo con la norma ASTM F67-89, se muestran en la Tabla 2.II.

**Tabla 2.II** *Composición química según norma ASTM F67-89 para los productos en barra de Ti c.p. Grado III para aplicaciones biomédicas.*

Elemento	% en peso (máx.)	Tolerancia por encima del máximo (% en peso)
Nitrógeno	0,05	0,02
Carbono	0,10	0,02
Hidrógeno	0,0125	0,0020
Hierro	0,30	0,15
Oxígeno	0,35	0,03
Titanio	Balance	-

Las propiedades mecánicas del Ti c.p. Grado III, de acuerdo con la norma ASTM F67-89, se detallan en la Tabla 2.III.

**Tabla 2.III** *Propiedades mecánicas según norma ASTM F67-89 para los productos en barra de Ti c.p. Grado III para aplicaciones biomédicas.*

Tensión de rotura, mín. [MPa]	Límite elástico al 0,2%, mín. [MPa]	Elongación en 4D, mín. [%]	Reducción de área, mín. [%]
450	380	18	30

Para estudiar la microestructura del Ti c.p. empleado, se prepararon muestras metalográficas de acuerdo con la norma ASTM E3-86. La metodología implica el encastado con baquelita (100 °C, 20 MPa y 600 s) y ataque químico con reactivo de Kroll (2,4 % HF v/v– 6,5 % de HNO<sub>3</sub> v/v).

A partir de 6 metalografías, obtenidas según la metodología descrita en el párrafo anterior, se midió el tamaño de grano medio con un analizador de imágenes (Omnimet3<sup>®</sup>, Buehler, USA).

Se determinó la dureza del material base por medio de 15 microindentaciones Vickers (MVK-HO<sup>®</sup>, Akashi, Japón) (Figura 2.5) con una carga de 0,1 kgf durante 15 s, sobre la sección transversal de una barra.



Figura 2.5 Microdurómetro empleado para evaluar la dureza del Ti c.p.

### 2.3.1.2. Partículas abrasivas: tipos, propiedades, obtención y tamaño

Se han empleado tres naturalezas de partículas abrasivas comerciales y una preparada en el laboratorio. Los productos comerciales empleados han sido (Figura 2.6):

1. Óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) blanco (Alodur<sup>®</sup> EKw, Treibacher Schleifmittel AG, Alemania).
2. Carburo de silicio (SiC) negro (C-6<sup>®</sup>, Navarro SA, España).
3. Bolas cerámicas ( $\text{ZrO}_2\text{-SiO}_2$ ) (Zirblast<sup>®</sup>, SEPR, Francia).



Figura 2.6 Morfología característica de las partículas abrasivas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (izquierda), SiC (centro) y  $\text{ZrO}_2\text{-SiO}_2$  (derecha). Fuentes: [PW-TRE],[PW-NAV],[PW-SEP].

El producto obtenido por sinterización en el laboratorio ha sido óxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) a partir de partículas químicamente puras de fase rutilo (Titanio IV Oxido (químicamente puro) n° 212101, Panreac, España).

Para ello se han sinterizado en un horno mufla, un total de 1800 g de polvo de  $\text{TiO}_2$ , con el siguiente procedimiento:

- 1.- Se llenan 9 crisoles de alúmina con 200 g de polvo de  $\text{TiO}_2$  cada uno.
- 2.- Se comprime el polvo dentro del crisol con la ayuda de una maza.
- 3.- Dos a dos, los crisoles se introducen en el horno a  $600^\circ\text{C}$ .
- 4.- Se eleva la temperatura hasta  $1000^\circ\text{C}$ , y se mantiene durante 13 h.
- 5.- Transcurrido dicho tiempo, se extraen los crisoles y se dejan enfriar al aire.

De cada crisol se ha obtenido un bloque sinterizado de óxido de titanio. Cada bloque se ha disgregado en partes de aproximadamente 30 g; y éstas se han triturado con maza y mortero hasta obtener las partículas definitivas.

Las composiciones químicas de los distintos tipos de partículas empleados se resumen en la Tabla 2.IV, de acuerdo con la información suministrada por los fabricantes.

**Tabla 2.IV** Composiciones químicas de las partículas abrasivas empleadas. Fuente: catálogos de fabricantes y distribuidores de las partículas abrasivas (% en peso).

Partículas	$\text{Al}_2\text{O}_3$	SiC	$\text{ZrO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{SiO}_2$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	CaO	$\text{Na}_2\text{O}$	Otros
$\text{Al}_2\text{O}_3$	99.78	--	--	--	--	0.04	--	0.18	--
SiC	0.15	97.5	--	--	0.35	0.15	0.15	--	1.7
$\text{ZrO}_2$ - $\text{SiO}_2$	3	--	67	--	30	--	--	--	--
$\text{TiO}_2$	--	--	--	99.9	--	--	--	--	0.1

Las propiedades mecánicas más significativas de los tres tipos de partículas abrasivas comerciales se recogen en la Tabla 2.V.

**Tabla 2.V** Propiedades físicas y mecánicas más significativas de las distintas partículas abrasivas comerciales (SENB: Single-Edge Notched-Beam; ICS: Indentation Crack Size; BMFI: Ball-Mill Friability Index).

Partículas	Peso específico verdadero [ $\text{g cm}^{-3}$ ]	Tenacidad a la fractura: $K_{IC}$ [ $\text{MPa m}^{1/2}$ ]	Friabilidad (BMFI)	Dureza
$\text{Al}_2\text{O}_3$	3.92 <sup>1</sup>	3.9 <sup>2</sup> (SENB)	11.4 <sup>3</sup>	2100 <sup>3</sup> KHN
SiC	3.22 <sup>4</sup>	3.3 <sup>5</sup> (SENB)	54 <sup>4</sup>	2450 <sup>4</sup> KHN
$\text{ZrO}_2$ - $\text{SiO}_2$	3.85 <sup>6</sup>	2.5 <sup>7</sup> (ICS)	--	58 <sup>8</sup> HRC

<sup>1</sup> [PW-EIS] <sup>2</sup> [MSC82] <sup>3</sup> Datos comerciales de Treibacher Schleifmittel <sup>4</sup> [PW-PUM] <sup>5</sup> [SWA72] <sup>6</sup> [PW-MAG] <sup>7</sup> [ILB84] <sup>8</sup> [PW-MPA]

Se han utilizado tamaños de partícula F16, F36 y F60 para el  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y para el SiC, de acuerdo con la norma FEPA 42-F-1984. Para las partículas de  $\text{ZrO}_2$  se han utilizado

tamaños de partícula B30 y B60 de acuerdo con la norma NF L 06.824. En la Tabla 2.VI se detallan los intervalos de tamaños de partícula a los que hacen referencia las nomenclaturas normalizadas.

El tamaño de partícula del TiO<sub>2</sub> se ha obtenido a partir del producto triturado obtenido según la metodología descrita anteriormente. Este producto triturado se ha cribado con tamices normalizados recogiendo las partículas comprendidas entre los tamices #50 y #70, según norma ASTM E11-01. El intervalo de tamaños conseguido se detalla en la Tabla 2.VI.

En la Tabla 2.VI se resumen todos los tipos de partículas empleadas (naturalezas químicas y tamaños) empleados.

**Tabla 2.VI** *Tipos (naturaleza química y tamaño) de partículas abrasivas empleadas en este estudio.*

Tipo de partícula	Naturaleza química <sup>1</sup>	Nomenclatura de tamaño de partícula <sup>2</sup>	Intervalo de tamaños de partícula
AL2	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F60	212 – 300 μm
AL6	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F36	425 – 600 μm
AL9	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F16	1000 – 1400 μm
SI2	SiC	F60	212 – 300 μm
SI6	SiC	F36	425 – 600 μm
SI9	SiC	F16	1000 – 1400 μm
ZR2	ZrO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub>	B60	125 – 250 μm
ZR6	ZrO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub>	B30	425 – 600 μm
TI6	TiO <sub>2</sub>	#50 - #70	290 - 570 μm

<sup>1</sup> En la Tabla 2.IV se detalla la composición química completa. <sup>2</sup> En el texto del presente Apartado se detalla la norma que regula las nomenclaturas referidas.

## 2.3.2. Métodos

### 2.3.2.1. Granallado

Los discos mecanizados de 6 mm de diámetro y 2 mm de grosor de Ti c.p. Grado III se lavaron con jabón en ultrasonidos y, posteriormente, se secaron con aire forzado antes de ser granallados con los distintos tipos de partículas de proyección detallados en la Tabla 2.VI. Asimismo se analizaron discos sin granallar (Ti), empleados como control en el estudio.

El granallado se llevó a cabo en una granalladora de laboratorio de pequeñas dimensiones (1,5 m de ancho, 0,75 m de profundidad y 0,90 m de alto) donada por la compañía M.P.A. (Materias Primas Abrasivas). La máquina dispone de una boquilla fija de carburo de boro (Tetrabor<sup>®</sup>) de 8 mm de diámetro.

Las condiciones del granallado para todos los discos tratados fueron:

- Presión de proyección: 0,25 MPa,
- Tiempo de proyección mínimo: 5-10 s, para garantizar una tasa de recubrimiento de la rugosidad de un 100 %,
- Distancia de proyección entre el disco y la boquilla:  $\approx$  10 cm,
- Ángulo de impacto del haz de partículas:  $\approx$  60°.

La presión escogida para llevar a cabo los tratamientos coincide con la seleccionada en un trabajo previo para optimizar las propiedades mecánicas del Ti c.p. granallado con partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [MAR96].

### **2.3.2.2. Pasivado**

Los discos se lavaron tras el granallado en ultrasonidos con jabón durante 10 min y se secaron con aire forzado. A continuación, se pasivaron atacándolos químicamente con una disolución 0,6 M de ácido clorhídrico (HCl) durante 30 s. Para el grupo SI6 también se pasivaron discos con una disolución de ácido fluorhídrico (2% v/v) y ácido nítrico (10% v/v) (SI6/HF) durante 30 s.

Finalmente, todos los discos se lavaron en ultrasonidos con jabón durante 10 min y se secaron con aire forzado.

### **2.3.2.3. Rugosidad**

Para la evaluación de la rugosidad superficial se llevaron a cabo ensayos cualitativos y cuantitativos de las muestras estudiadas.

#### **2.3.2.3.1. Evaluación cualitativa**

Los ensayos cualitativos de rugosidad se llevaron a cabo observando las superficies por microscopía electrónica de barrido (M.E.B.) (JSM 6400<sup>®</sup>, Jeol, Japón). Todas las micrografías se obtuvieron a x200 aumentos.

#### **2.3.2.3.2. Evaluación cuantitativa**

Para la determinación cuantitativa de la rugosidad superficial de los discos se empleó un rugosímetro bidimensional de contacto (perfilómetro) con punta palpadora de diamante de forma cónica (90°), con 5  $\mu\text{m}$  de diámetro en la punta, de resolución mínima 0,1  $\mu\text{m}$ , (Surftest SV-500<sup>®</sup>, Mitutoyo, Japón) (ver Figura 2.7).



**Figura 2.7** Rugosímetro utilizado para realizar las mediciones cuantitativas de rugosidad.

#### 2.3.2.3.2.1 Perfiles.

Se analizaron 5 discos de cada uno de los distintos grupos (Tabla 2.VI), y se realizaron 3 lecturas de rugosidad para cada uno de los discos. Las lecturas se llevaron cabo a lo largo de diferentes diámetros del disco rotando el disco  $\approx 90^\circ$  entre cada una de ellas.

El rugosímetro obtiene como primera señal el perfil denominado perfil calculado, que es el resultado de representar los pares de datos de las posiciones del palpador al recorrer el disco.

Posteriormente, a partir del perfil calculado se obtiene el perfil primario (P), siendo el resultado de la intersección entre la superficie ensayada y un plano normal a ella. Su diferencia con el perfil calculado es que en el primario se eliminan los efectos debidos a la forma general de la superficie, es decir, si está inclinada, si es curva, etc. Para la correcta obtención del perfil P se aplicó un filtro de forma de inclinación total, necesario principalmente por la ligera inclinación de la mesa de trabajo en la que estaba situado el rugosímetro.

Por último, se obtiene el perfil de rugosidad o perfil R. Este perfil se obtiene, a partir del perfil P, filtrando en este perfil aquellos efectos de rugosidad cuya longitud de onda es superior a la longitud de corte o *cutoff*,  $\lambda_c$ , seleccionada. Esto implica que las ondulaciones de la superficie de la muestra cuyo alcance es superior al valor de *cutoff*, se eliminan como parte de la rugosidad y pasan a considerarse parte de la ondulación de la superficie.

Se seleccionó  $\lambda_c = 0,800$  mm, utilizando un filtro de tipo Gaussiano según recomendaciones de la norma ISO 11562:1996. Este filtro es ideal para superficies de



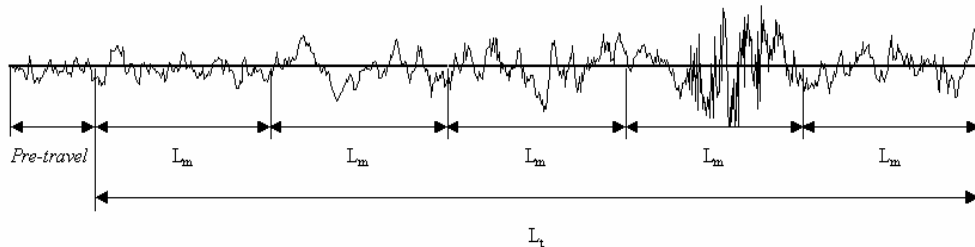
rugosidad media con mucho detalle. El peso del factor de filtrado se ajusta a una distribución Gaussiana.

La longitud total de ensayo ( $L_t$ ), así como la longitud de muestra ( $L_m$ ) también están normalizadas por la norma ISO 4288:1996.

$L_m$  es la longitud mínima de ensayo para el cálculo de los parámetros de rugosidad en el perfil R. Según norma, es óptimo que  $L_m$  sea igual al valor de  $\lambda_c$ . Por lo tanto,  $L_m = 0,800$  mm.

$L_t$  es la suma de  $n$  sucesivas  $L_m$ . Para todos los parámetros de rugosidad calculados en el presente trabajo, el valor del parámetro a lo largo de  $L_t$  es la media de los valores obtenidos en cada una de las  $L_m$ . Se seleccionó  $n = 3$  y, por lo tanto,  $L_t = L_m * n = (0,800 \text{ mm} * 3) = 2,400$  mm.

Las lecturas eran inestables al iniciar los recorridos debido a la geometría de los discos. Para evitar que las inestabilidades afectasen a la cuantificación de los parámetros de rugosidad, se aplicó un *pre-travel*, es decir, el palpador se desplazaba una determinada longitud antes de comenzar a tomar medidas. Pasado el *pre-travel*, el perfil se estabilizaba. Recomendado por la norma, se fijó como *pre-travel* la mitad de  $\lambda_c$ , es decir, 0,400 mm (Figura 2.8).



**Figura 2.8** Representación de las longitudes de muestra, longitud total de ensayo y pre-travel.

La velocidad de avance del palpador se fijó en 0,2 mm/s y se adquiría un punto del perfil cada 1  $\mu\text{m}$  de avance del palpador.

A continuación quedan resumidas las condiciones de ensayo (Figura 2.8):

- Longitud de muestra ( $L_m$ ): 0,800 mm
- N° de longitudes de muestra ( $n$ ): 3
- Longitud total de ensayo ( $L_t$ ): 2,400 mm
- *Pre-travel*: 0,400 mm
- Longitud total de avance del palpador: 2,800 mm

- Tipo de filtro: Gaussiano
- Longitud de *cut-off* ( $\lambda_c$ ): 0,800 mm
- Velocidad de avance del palpador: 0,2 mm/s
- Tiempo total de ensayo: 14 s
- Precisión del perfil: 1 pixel/ $\mu\text{m}$
- N° discos ensayados/tratamiento: 5
- Número de lecturas por disco: 3
- Avance entre lecturas: 90°
- Compensación de forma: inclinación total

#### 2.3.2.3.2.2 Parámetros

La cuantificación de los parámetros que describen la rugosidad superficial se ha efectuado con software especializado (Surfpack v3.00<sup>®</sup>, Mitutoyo, Japón) a partir del perfil R.

Se calcularon valores para 4 parámetros de descripción vertical (o en altura) del perfil:  $R_a$ ,  $R_q$ ,  $R_y$ ,  $R_z$ ; y 2 parámetros de descripción horizontal (espaciado):  $P_c$ ,  $HSC$ . Las descripciones y los cálculos de estos parámetros se realizaron de acuerdo con la norma ISO 4287:1997.

- $R_a$  (Media aritmética de las desviaciones del perfil): es la media aritmética del valor absoluto de las distancias desde la línea media al perfil R ( $Y_i$ ) dentro de la longitud de muestra. Esta línea media es una línea de referencia para el cálculo de los distintos parámetros, que se determina por el método de los mínimos cuadrados respecto al perfil R, en cada longitud de muestra.  $R_a$  se calcula en  $\mu\text{m}$  y es el parámetro habitualmente elegido para cuantificar de forma general la rugosidad de una superficie.

$$R_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |Y_i|$$

- $R_q$  (Media de la raíz cuadrada de las desviaciones del perfil): es el valor medio de la raíz cuadrada de las desviaciones del perfil respecto a la línea media, dentro de la longitud de muestra. Este parámetro es más sensible que  $R_a$  a los valores extremos debido a la operación cuadrática.  $R_q$  tiene un significado estadístico ya que está asociado a la desviación estándar de la distribución de las alturas del perfil.

$$R_q = \left( \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N Y_i^2 \right)^{1/2}$$

- $R_y$  (Máxima altura del perfil): es un valor extremo, y describe la distancia entre la altura del máximo pico  $Y_p$  y la profundidad del mayor valle  $Y_v$ , dentro de la longitud de muestra.

$$R_y = Y_p + Y_v$$

- $R_z$  (Altura de diez puntos irregulares): es el valor medio, en micrómetros, del valor absoluto de los cinco picos más altos ( $Y_{pi}$ ), más el valor medio del valor absoluto de los cinco valles más profundos ( $Y_{vi}$ ), dentro de la longitud de muestra. Este parámetro es sensible a los cambios pronunciados en las características topográficas.

$$R_z = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^N Y_{pi} + \frac{1}{5} \sum_{i=1}^N Y_{vi}$$

- $P_c$  (Número de picos): es el número de pares pico-valle (ciclos) por unidad de longitud (1 cm) a lo largo de la línea media del perfil, dentro de la longitud de muestra. Dos líneas (niveles de recuento) que son paralelas a la línea media se dibujan por encima y por debajo de ella a una distancia que se estableció en el 5 % del valor del máximo pico o valle. Cada ciclo del perfil entre intersecciones del perfil y la línea media, en los que un pico cae por encima de la línea de recuento superior y un valle adyacente cae por debajo de la línea de recuento inferior, se cuenta como un ciclo pico-valle.

-HSC (Número de puntos altos): es el número de picos por unidad de longitud (1 cm) a lo largo de la línea media del perfil dentro de la longitud de muestra. Una línea (nivel de recuento), que es paralela a la línea media, se dibuja por encima de ella a una distancia que se estableció en el 5 % del valor del máximo pico. Cada pico local que se sitúa por encima del nivel de recuento, es un punto alto.

#### 2.3.2.4. Distribución de tamaños de partículas

La determinación de la distribución de tamaños de partículas, del tamaño de partícula medio, así como de la posición de los máximos en las curvas de distribución de tamaños, se llevaron a cabo con un difractómetro de rayos láser (Microtrac SRA-150<sup>®</sup>, Leeds & Northrup, Reino Unido).

Las condiciones más significativas del ensayo fueron:

- Intensidad del rayo láser: 1,007 eV
- Tiempo de ensayo: 30 s
- Número de ensayos por muestra: 3

El resultado obtenido por el analizador para cada una de las muestras es la media de tres ensayos.

### 2.3.2.5. Composición química superficial

Para evaluar semicuantitativamente la presencia de restos de partículas abrasivas sobre la superficie de los discos granallados y pasivados en las diferentes condiciones, se empleó un analizador de dispersión de energías de rayos X (Analytical LZ-5<sup>®</sup>, Link, Reino Unido) (EDS). El EDS está acoplado al MEB.

Se ha analizado la cantidad porcentual atómica de los elementos más significativos para cada muestra (Ti, Al, Si, Zr), con ensayos de 100 s y 20 kV de energía del haz de rayos X, en un área de entre 0,1 y 0,2 mm<sup>2</sup>.

Se ha realizado el análisis sobre 2 áreas tomadas al azar de 3 discos de cada uno de los tratamientos.

### 2.3.2.6. Porcentaje de rotura de partícula

Se extrajeron muestras del saco inmediatamente después de abrirlo (SinUsar), y muestras del depósito de la máquina de granallado después de haber preparado 10 discos (Usado) según las condiciones descritas en el Apartado 2.3.2.1.

Con los valores del tamaño medio de partícula obtenidos con el difractómetro láser descrito en el Apartado 2.3.2.4, se calcularon los porcentajes de rotura de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\% Rotura = \left[ 1 - \left( \frac{Usado}{SinUsar} \right) \right] * 100$$

El ensayo de determinación de tamaño de partícula se realizó para dos muestras SinUsar y otras dos Usado de cada una de las naturalezas de partícula (Tabla 2.IV). Los tamaños de los granos seleccionados fueron de granulometría intermedia para cada una de las naturalezas de partícula (Tabla 2.VI).

### 2.3.2.7. Estadística

Para evaluar si las diferencias entre los valores obtenidos eran estadísticamente significativas se han llevado a cabo ensayos de la t-Student y tablas ANOVA. La hipótesis nula para los ensayos estadísticos se fijó en todos los casos en  $A = B$  y la alternativa en  $A \neq$

B. Se considera que las diferencias son estadísticamente significativas siempre que el p-valor  $< 0,05$ .

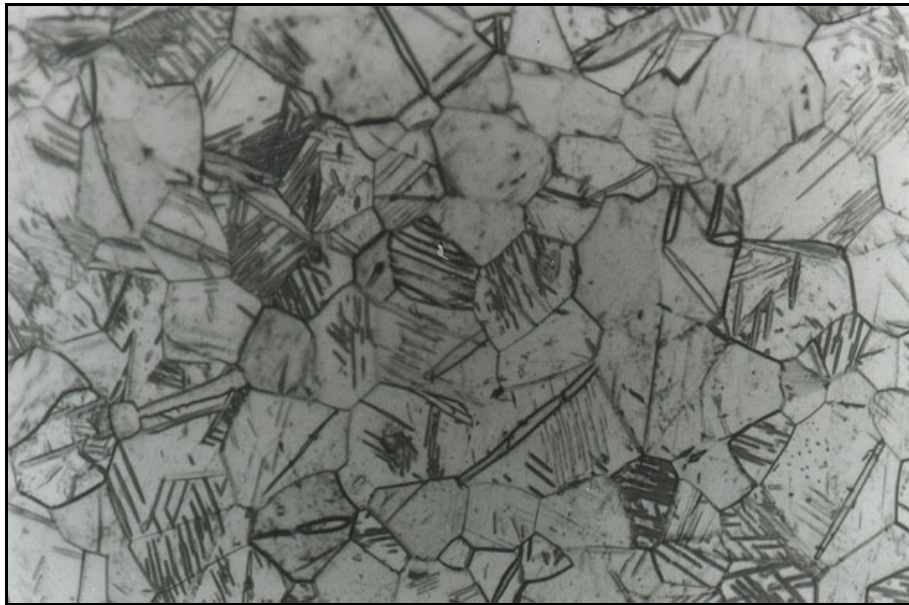
Todos estos tests se han llevado a cabo con la ayuda de un software apropiado (MINITAB™ Release 13.1, Minitab Inc., EE.UU.).



## 2.4. Resultados

### 2.4.1. Caracterización del Ti c.p.

La dureza del Ti c.p es  $204 \pm 8$  HV0,1. Su estructura metalográfica (Figura 2.9) consiste en granos equiaxiales de fase  $\alpha$  y un número significativo de maclas debidas a la deformación en frío que sufre el material al ser conformado en barras. El tamaño de grano es  $0,021 \pm 0,002$  mm<sup>2</sup>, el cual está de acuerdo con los resultados obtenidos en otros estudios sobre el mismo material en las mismas condiciones de suministro [GVR96].



**Figura 2.9** *Microestructura del material base (Ti c.p. Grado III) x500.*

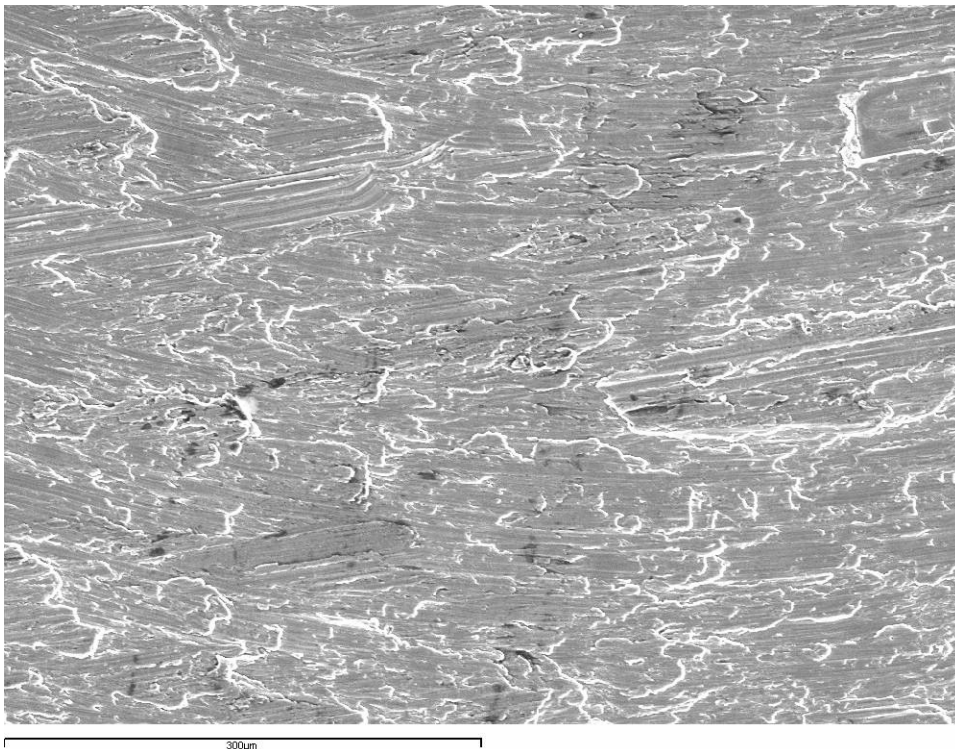
### 2.4.2. Rugosidad

En las Figuras 2.10 a 2.19 se muestra una micrografía (x200) de cada una de las superficies obtenidas con los distintos tratamientos de granallado. Y en las Figuras 2.20 a 2.23 se muestran detalles a mayores aumentos (x1000) de algunas de las superficies estudiadas.

La observación de las micrografías pone de manifiesto que:

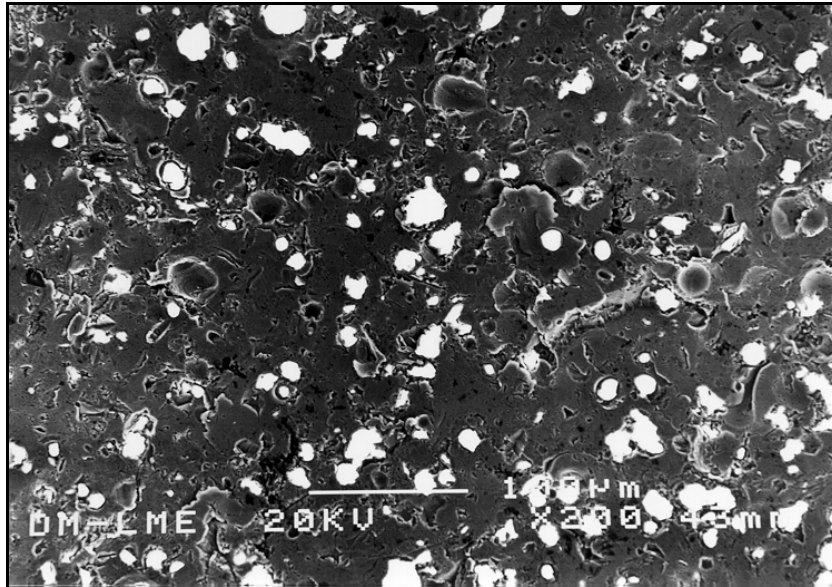
- Los discos granallados con óxido de titanio (Ti6) han dejado una rugosidad fina sobre la superficie del Ti c.p. (Figura 2.12).
- Las partículas de ZrO<sub>2</sub> dejan rugosidades con cráteres redondeados, siendo la presencia de partículas procedentes del granallado significativa (Figura 2.11).

- El aumento de rugosidad superficial al aumentar de tamaño de partículas es evidente, tanto para los discos de Ti c.p. granallados con óxido de aluminio (Figuras 2.13, 2.14 y 2.15), como los granallados con carburo de silicio (Figuras 2.16 a 2.19).
- También se aprecian restos de partículas procedentes del granallado, tanto en los discos tratados con óxido de aluminio (Figuras 2.13, 2.14, 2.15 y 2.20), como con carburo de silicio (Figuras 2.16 a 2.19, 2.21 a 2.23).
- El tipo de rugosidad que se obtiene al granallar con partículas puntiagudas (SiC o  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), la cual es escarpada (Figuras 2.13 y 2.16), es cualitativamente diferente a la obtenida al granallar con partículas esféricas ( $\text{ZrO}_2$ ), con cráteres (Figura 2.11).
- Las diferencias que se observan entre los discos de carburo de silicio pasivados con HCl o con HF/ $\text{HNO}_3$  son leves, aunque significativas. En el nivel micrométrico no hay diferencias apreciables, apenas un pequeño redondeo de las puntas de los picos y los fondos de los valles, pero en un nivel submicrométrico, los discos pasivados con HF/ $\text{HNO}_3$  (Figuras 2.18 y 2.23) tienen un aspecto rugoso que los pasivados con HCl no muestran (Figuras 2.17 y 2.22).

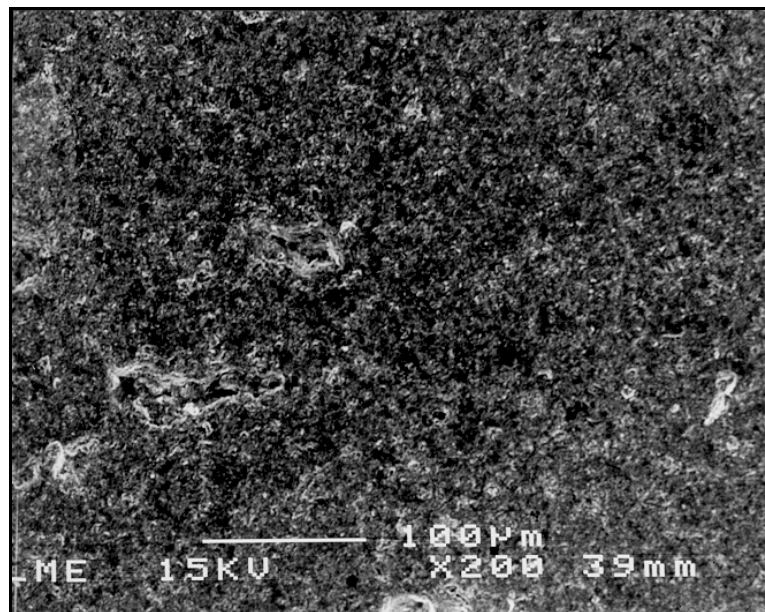


**Figura 2.10** Micrografía obtenida por MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. mecanizado ( $\times 200$ ).

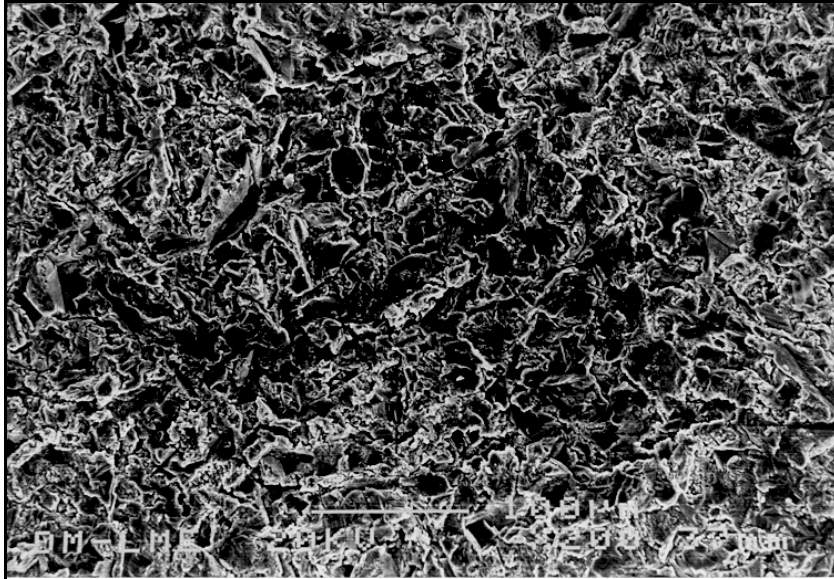




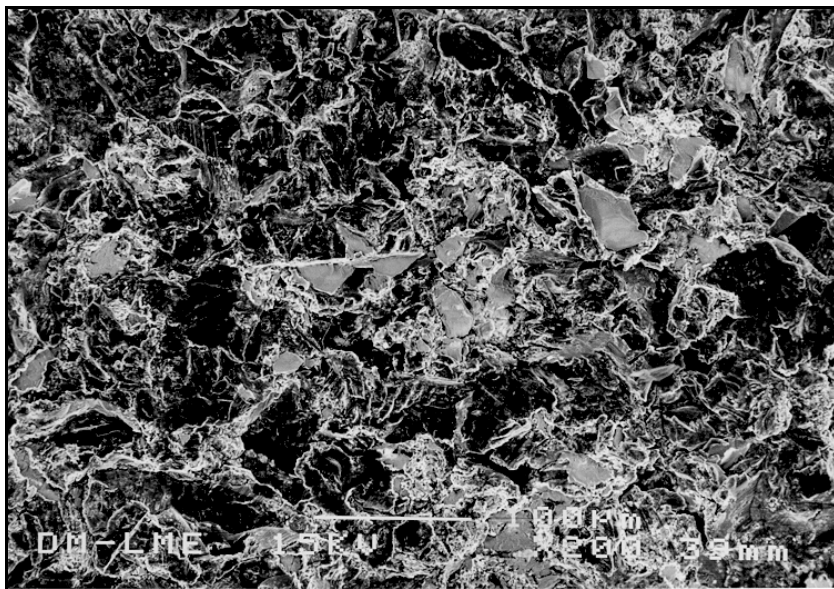
**Figura 2.11** Micrografía obtenida por MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. granallado con partículas de ZR2 ( $\times 200$ ).



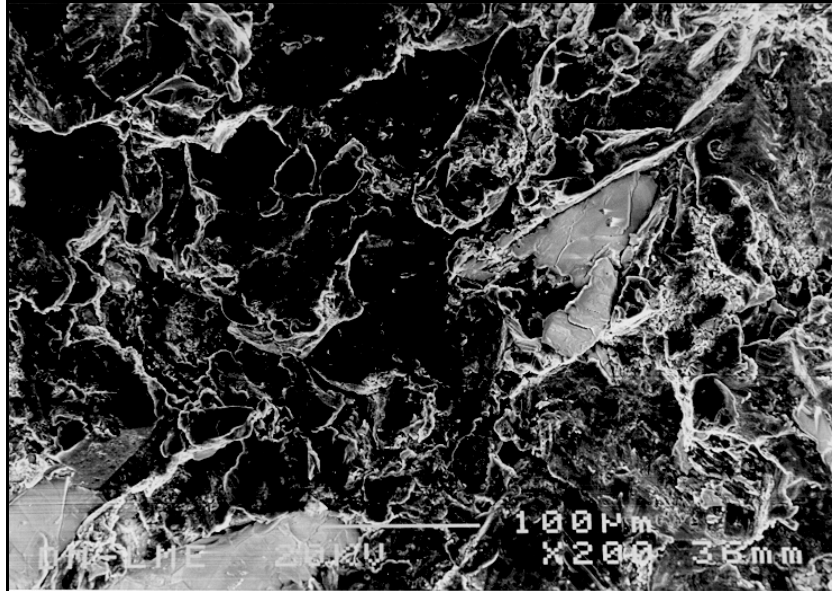
**Figura 2.12** Micrografía obtenida por MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. granallado con partículas de Ti6 ( $\times 200$ ).



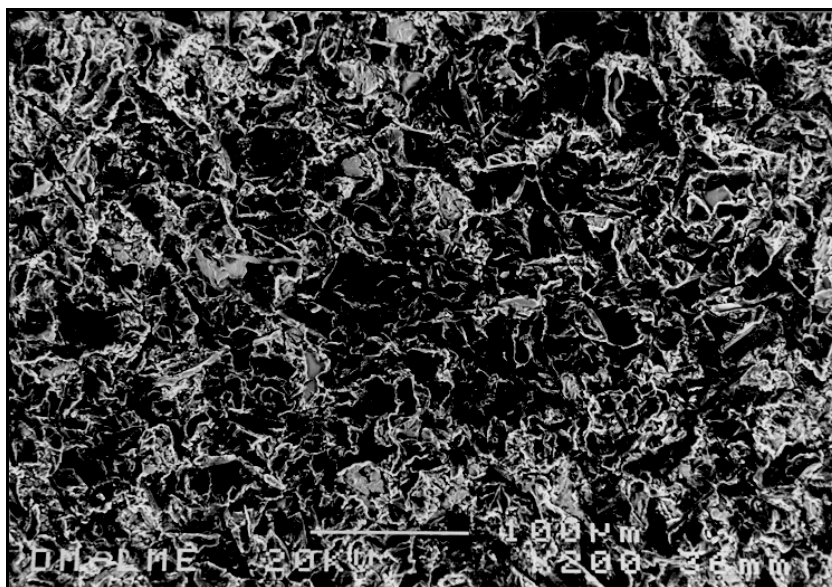
**Figura 2.13** Micrografía obtenida por MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. granallado con partículas de AL2 ( $\times 200$ ).



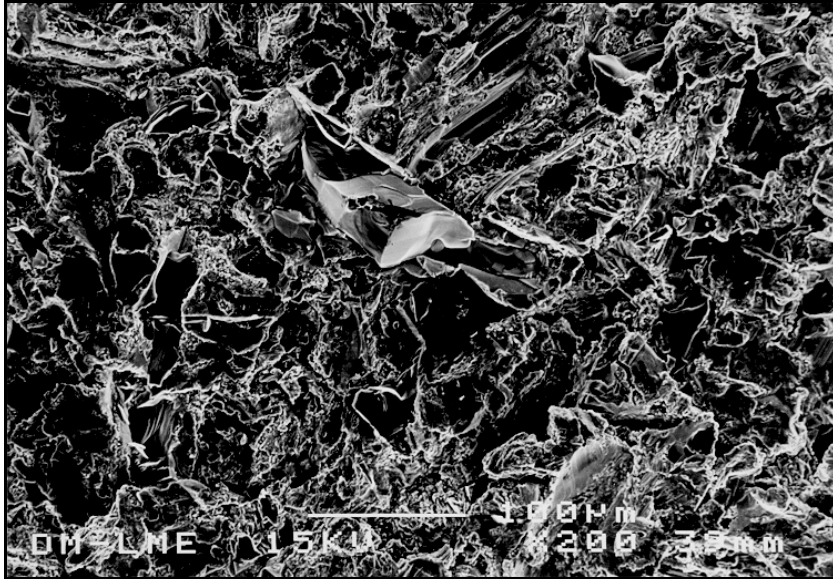
**Figura 2.14** Micrografía obtenida por MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. granallado con partículas de AL6 ( $\times 200$ ).



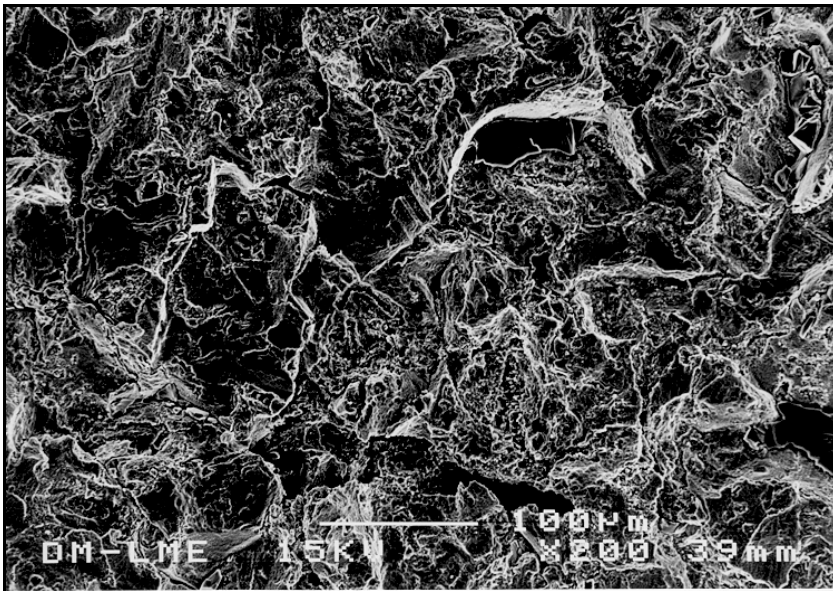
**Figura 2.15** Micrografía obtenida por MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. granallado con partículas de AL9 (x200).



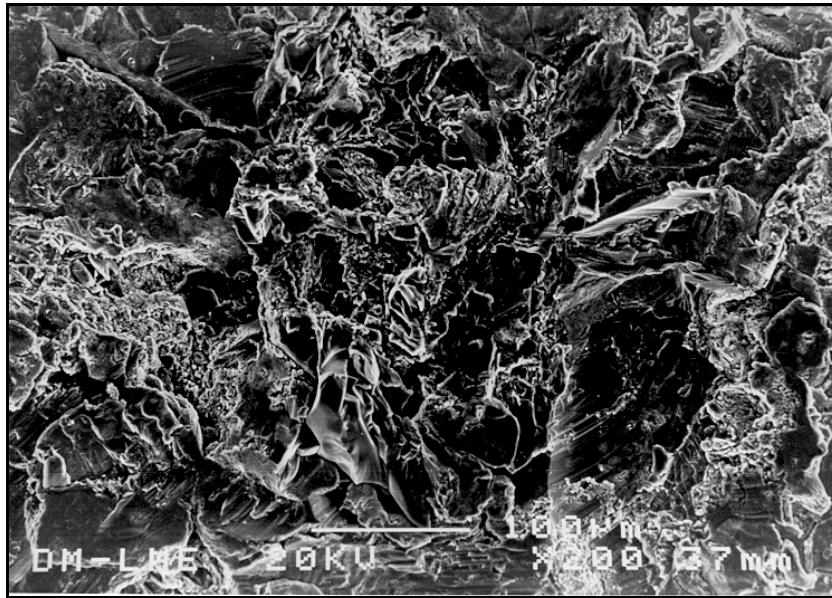
**Figura 2.16** Micrografía obtenida por MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. granallado con partículas de SI2 (x200).



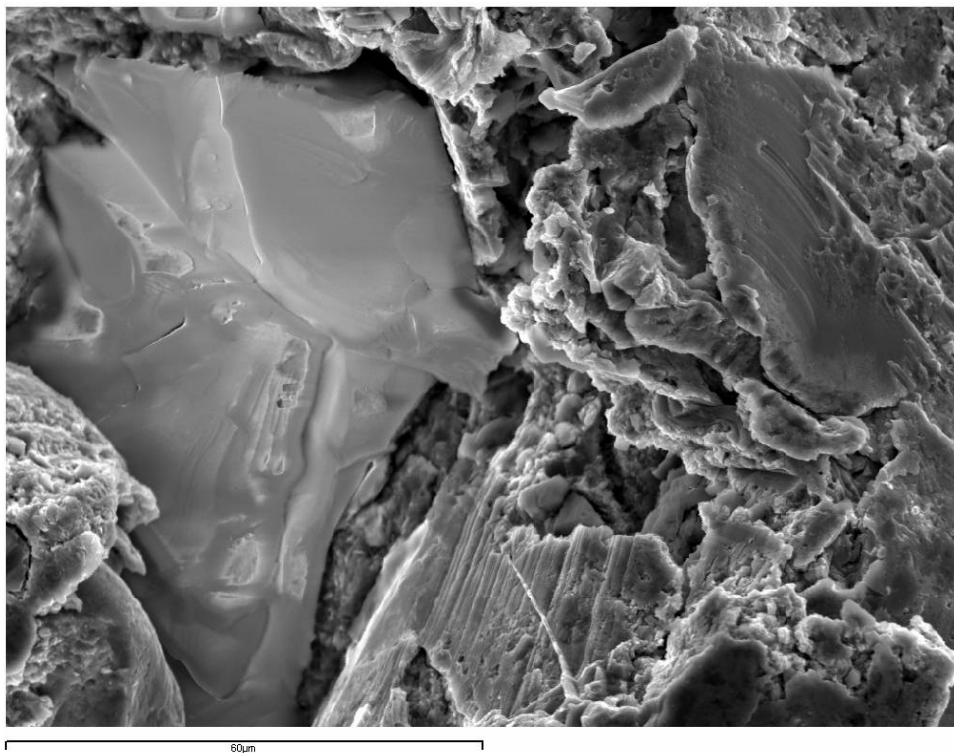
**Figura 2.17** Micrografía obtenida por MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. granallado con partículas de SI6 ( $\times 200$ ).



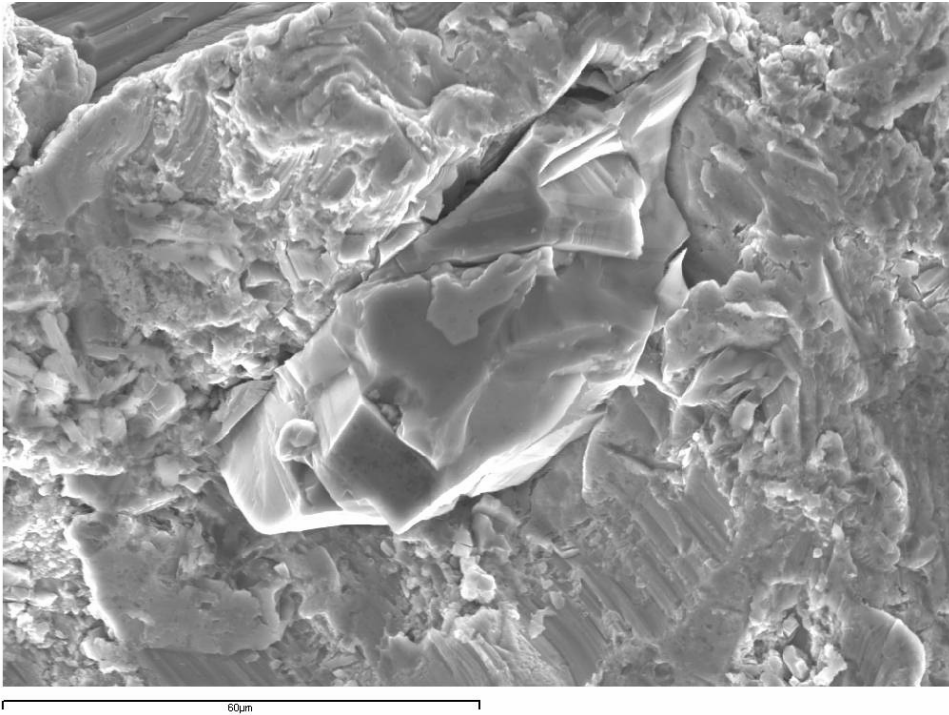
**Figura 2.18** Micrografía obtenida por MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. granallado con partículas de SI6/HF ( $\times 200$ ).



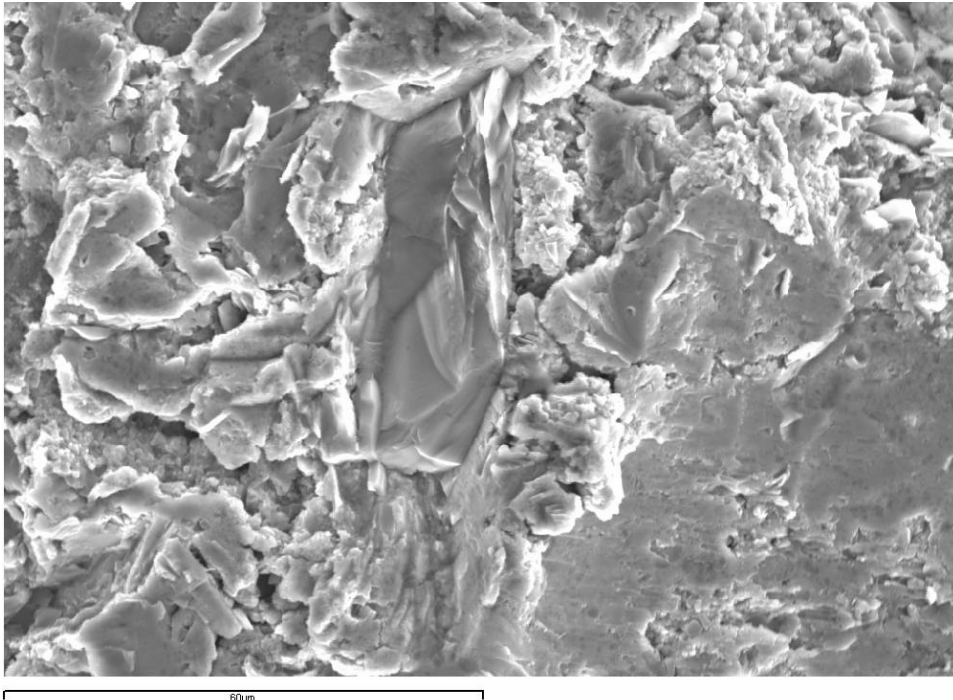
**Figura 2.19** Micrografía obtenida por MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. granallado con partículas de SiO<sub>2</sub> ( $\times 200$ ).



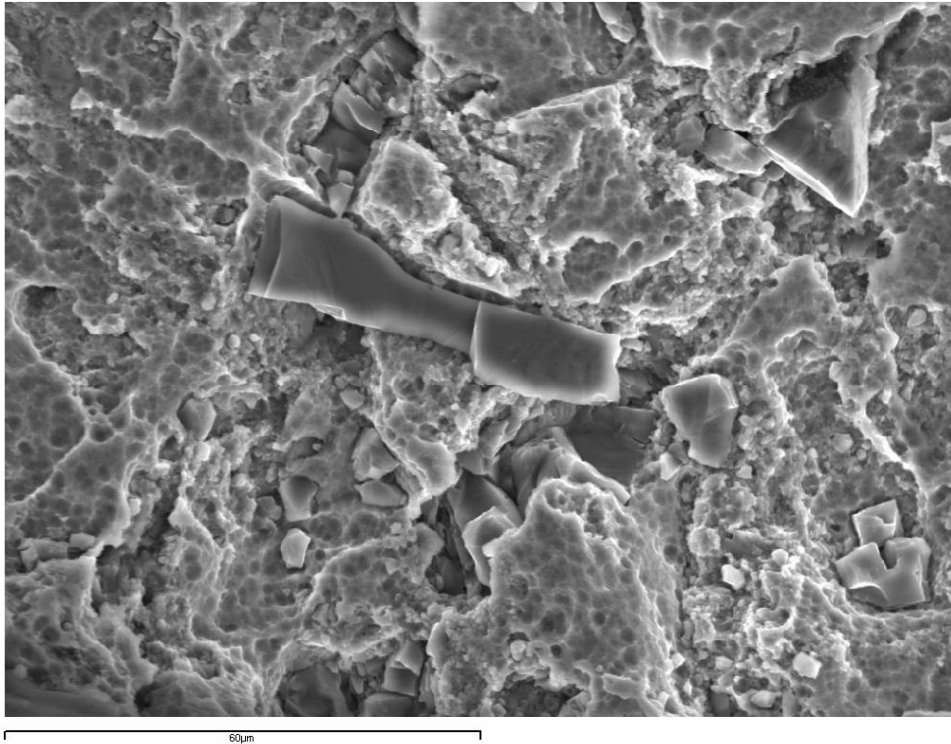
**Figura 2.20** Micrografía de MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. granallado con partículas de AL9 en la que se aprecia una partícula de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> incrustada sobre la superficie del metal granallado ( $\times 1000$ ).



**Figura 2.21** Micrografía de MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. granallado con partículas de Si9 en la que se aprecia una partícula de SiC incrustada sobre la superficie del metal granallado ( $\times 1000$ ).



**Figura 2.22** Micrografía de MEB de la superficie de un disco de Ti c.p. granallado con partículas de Si6 en la que se aprecia una partícula de Si6 incrustada sobre la superficie del metal granallado ( $\times 1000$ ).



**Figura 2.23** Micrografía obtenida por SEM de la superficie de un disco de Ti c.p. (SI6/HF) granallado con partículas de tipo SI6 en la que se aprecia una partícula de silicio incrustada sobre la superficie del metal granallado, así como el efecto del pasivado con HF/HNO<sub>3</sub> manifiesto en la formación de cráteres submicrométricos por el ataque químico de la combinación de ácidos ( $\times 1000$ ).

Los valores de los parámetros de rugosidad calculados se resumen en la Tabla 2.VII. Para cada parámetro y grupo de granallado se expresa la media y la desviación estándar de las 15 lecturas efectuadas.

**Tabla 2.VII** Valores medios  $\pm$  desviación estándar de los parámetros de rugosidad calculados para cada uno de los distintos tipos de granallado.

Partícula	R <sub>a</sub> [μm]	R <sub>q</sub> [μm]	R <sub>v</sub> [μm]	R <sub>z</sub> [μm]	P <sub>c</sub> [/cm]	HSC [/cm]
Ti	0,33 $\pm$ 0,11	0,46 $\pm$ 0,16	3,06 $\pm$ 1,05	1,71 $\pm$ 0,59	150,9 $\pm$ 69,1	214,3 $\pm$ 85,8
ZR2	1,13 $\pm$ 0,05	1,42 $\pm$ 0,11	7,98 $\pm$ 1,31	5,05 $\pm$ 0,45	100,2 $\pm$ 17,4	132,5 $\pm$ 20,8
ZR6	3,28 $\pm$ 0,09	4,12 $\pm$ 0,20	15,8 $\pm$ 2,6	13,6 $\pm$ 1,1	68,8 $\pm$ 6,3	85,5 $\pm$ 3,6
TI6	0,54 $\pm$ 0,11	0,73 $\pm$ 0,17	4,71 $\pm$ 1,54	2,96 $\pm$ 0,62	202,6 $\pm$ 21,9	276,4 $\pm$ 83,4
AL2	2,24 $\pm$ 0,15	2,88 $\pm$ 0,36	14,74 $\pm$ 1,79	10,44 $\pm$ 1,11	117,7 $\pm$ 20,6	143,3 $\pm$ 19,7
AL6	4,74 $\pm$ 0,16	6,89 $\pm$ 0,50	32,17 $\pm$ 3,28	18,59 $\pm$ 2,18	67,1 $\pm$ 10,3	82,1 $\pm$ 13,4
AL9	7,39 $\pm$ 0,26	8,85 $\pm$ 0,70	39,60 $\pm$ 3,61	22,88 $\pm$ 2,49	56,5 $\pm$ 7,5	68,9 $\pm$ 12,4
SI2	1,82 $\pm$ 0,03	2,28 $\pm$ 0,16	12,06 $\pm$ 0,83	8,86 $\pm$ 0,49	143,1 $\pm$ 15,9	171,9 $\pm$ 13,3
SI6	3,98 $\pm$ 0,21	5,29 $\pm$ 0,80	26,58 $\pm$ 3,63	16,79 $\pm$ 0,68	82,1 $\pm$ 9,5	92,9 $\pm$ 18,1
SI6/HF	4,20 $\pm$ 0,15	5,50 $\pm$ 1,54	27,14 $\pm$ 4,75	17,50 $\pm$ 0,54	76,6 $\pm$ 11,2	87,1 $\pm$ 11,8
SI9	6,84 $\pm$ 0,60	8,55 $\pm$ 0,70	39,15 $\pm$ 3,78	21,75 $\pm$ 3,35	61,8 $\pm$ 11,2	75,4 $\pm$ 11,5

Tal y como es de esperar, al aumentar el tamaño de las partículas de proyección, para una misma naturaleza de partícula, aumenta el valor de rugosidad para todos los parámetros de altura ( $R_a$ ,  $R_q$ ,  $R_y$ ,  $R_z$ ), de la misma manera que disminuyen para los de espaciado ( $P_c$  y HSC). Todas estas diferencias son estadísticamente significativas.

Estos valores se visualizan también en las Figuras 2.24 a 2.29; las cuales muestran los resultados de rugosidad gráficamente.

Asimismo, se aprecia que, si comparamos los resultados con el mismo tamaño de partícula de proyección pero con diferente naturaleza, todos los parámetros de altura aumentan gradualmente su valor en el siguiente orden:  $TiO_2$ ,  $ZrO_2$ , SiC pasivado con HCl, SiC pasivado con HF/ $HNO_3$  y  $Al_2O_3$ . En este caso también todas las diferencias son estadísticamente significativas, excepto para las diferencias entre el Ti c.p. granallado con carburo de silicio y pasivado con HCl o con HF/ $HNO_3$ . Sin embargo, la tendencia no es tan clara para los parámetros de espaciado ya que para los tamaños de partícula en el rango 425-600  $\mu m$ , los valores se igualan, de manera que las diferencias entre las medias obtenidas no son estadísticamente significativas.

Los valores obtenidos para los parámetros en altura en los discos granallados con partículas de proyección de  $TiO_2$  son significativamente inferiores a los obtenidos con las otras naturalezas de partículas, incluso del rango dimensional inferior.

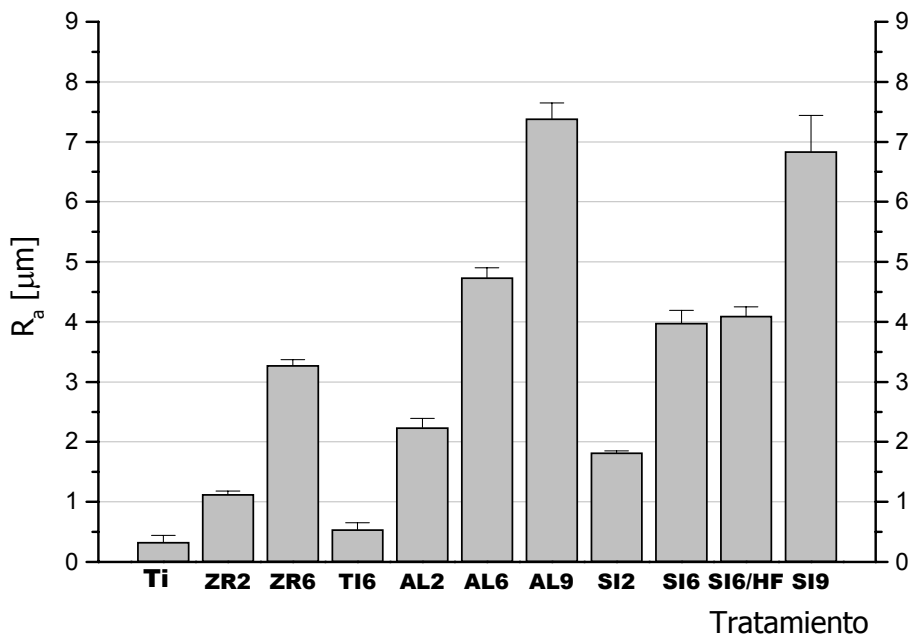


Figura 2.24 Representación gráfica de los valores medios y desviación estándar de  $R_a$  para los distintos tipos de granallado sobre Ti c.p.



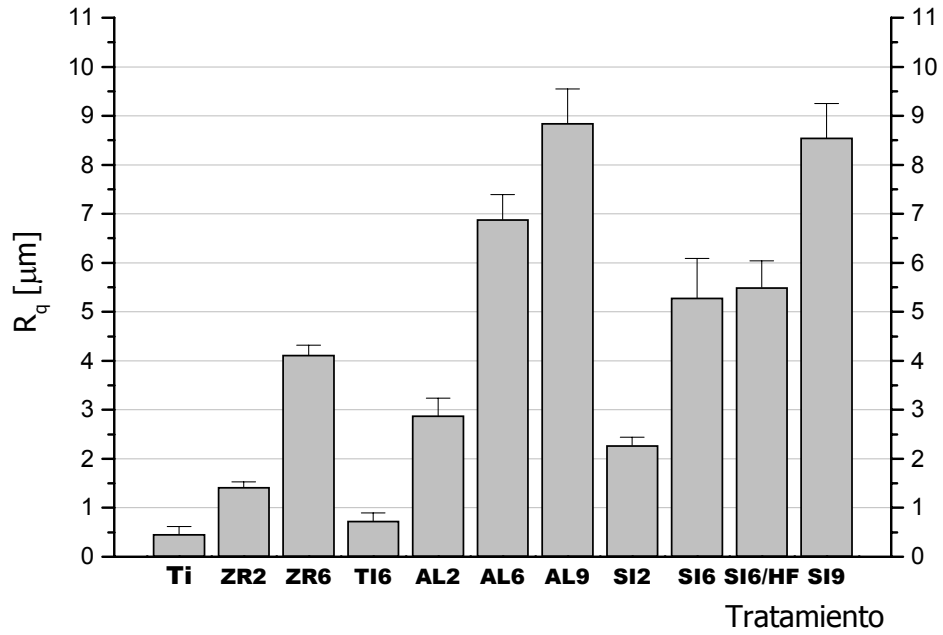


Figura 2.25 Representación gráfica de los valores medios y desviación estándar de  $R_q$  para los distintos tipos de granallado sobre Ti c.p.

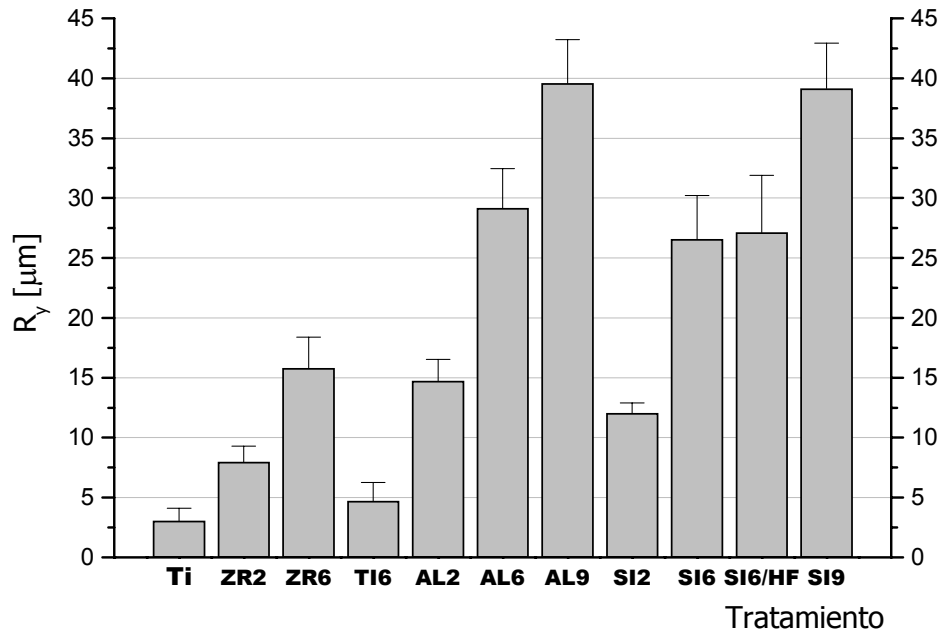


Figura 2.26 Representación gráfica de los valores medios y desviación estándar de  $R_y$  para los distintos tipos de granallado sobre Ti c.p.

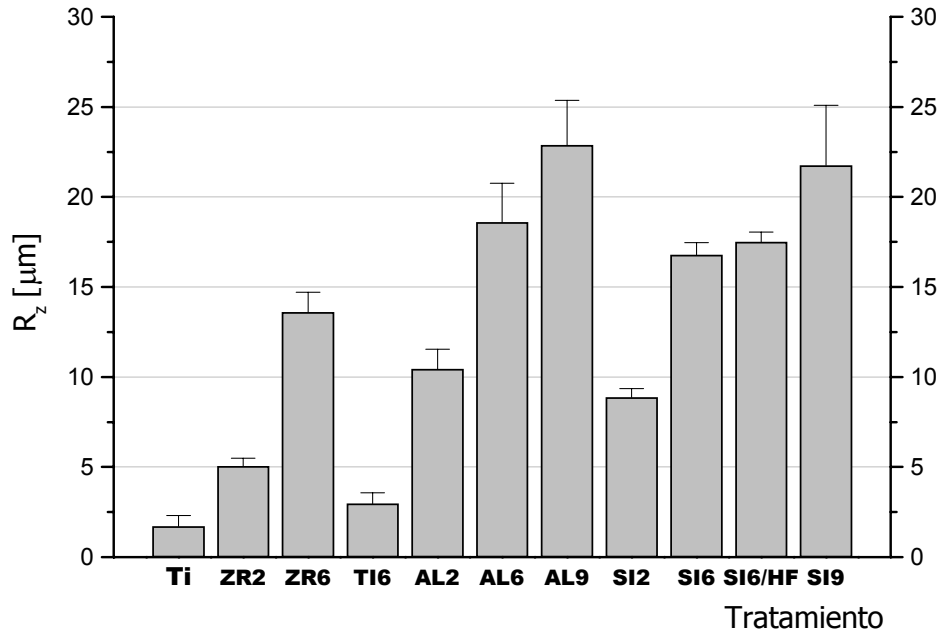


Figura 2.27 Representación gráfica de los valores medios y desviación estándar de  $R_z$  para los distintos tipos de granallado sobre Ti c.p.

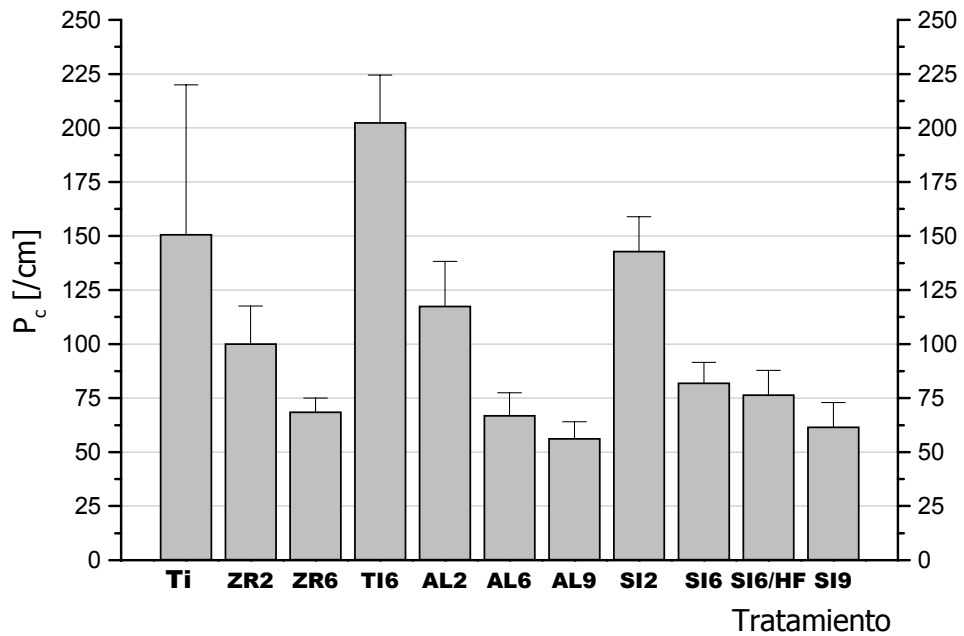


Figura 2.28 Representación gráfica de los valores medios y desviación estándar de  $P_c$  para los distintos tipos de granallado sobre Ti c.p.

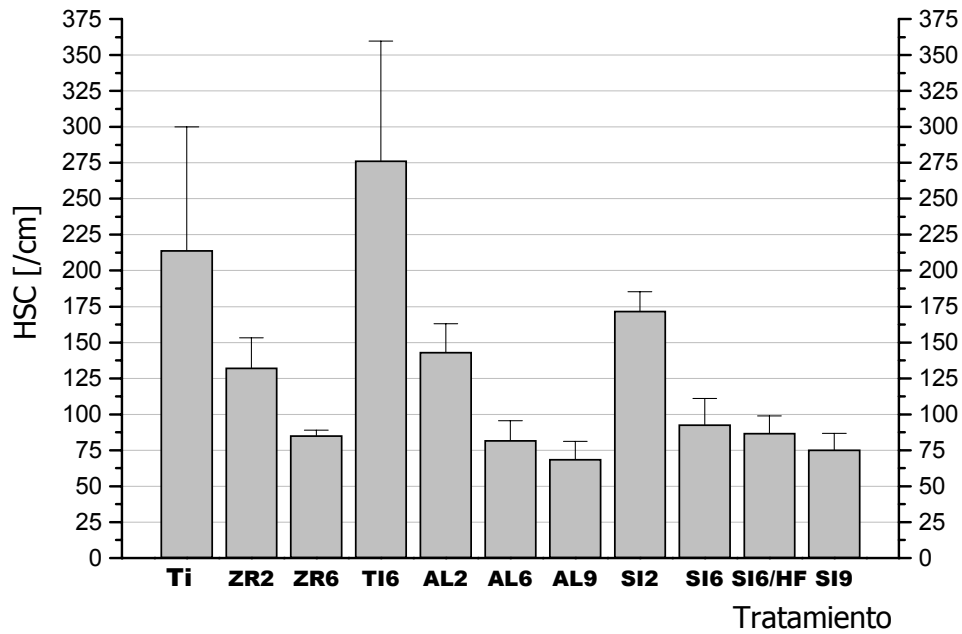


Figura 2.29 Representación gráfica de los valores medios y desviación estándar de HSC para los distintos tipos de granallado sobre Ti c.p.

La Figura 2.30 muestra a modo de ejemplo un perfil de rugosidad superficial, obtenido con el rugosímetro, de las superficies de Ti c.p. tratadas con cada uno de los tipos de granallado. Se aprecian cualitativamente las diferencias en el grado y el tipo de rugosidad.

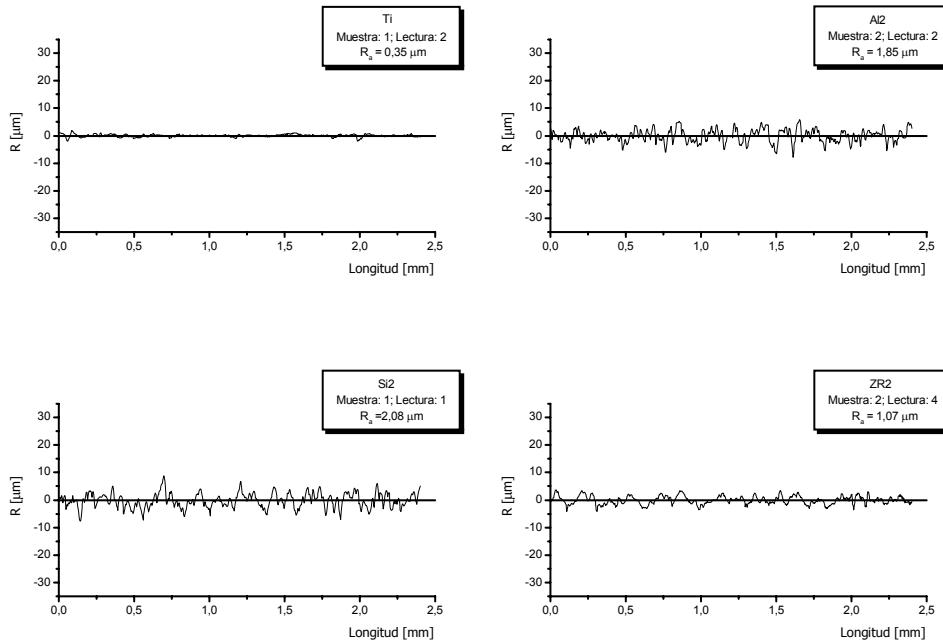
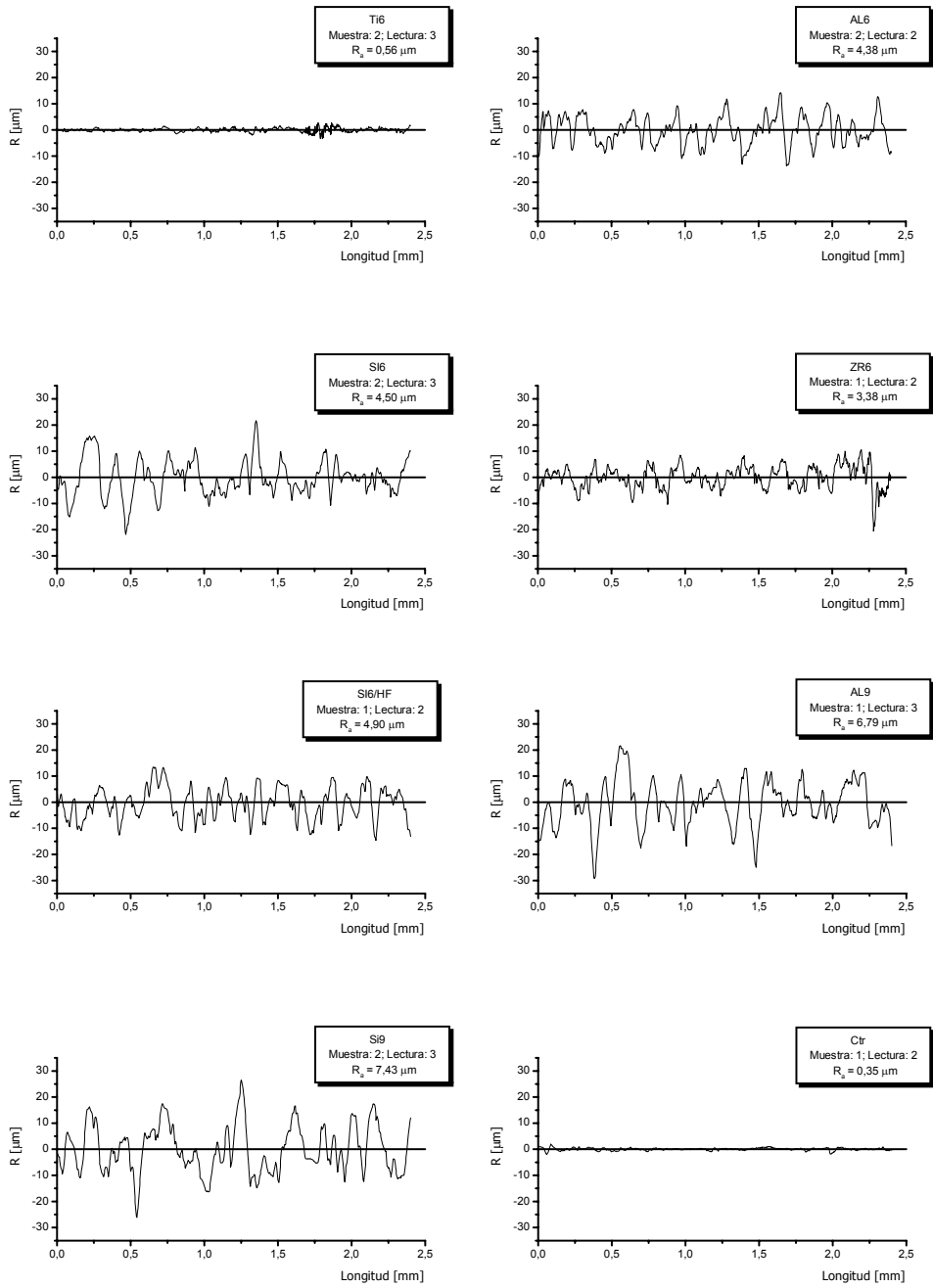


Figura 2.30 Continúa en página siguiente.



**Figura 2.30** Perfiles de rugosidad de las superficies de Ti c.p. granalladas con los distintos tipos de naturaleza y tamaño de partícula de proyección. Se representa un ejemplo de cada tipo. La Figura se completa en la página anterior.

### 2.4.3. Composición química superficial

La Tabla 2.VIII resume los resultados de dispersión de energía de rayos X sobre las superficies de todos los tipos de implantes granallados.

Los resultados demuestran lo que las micrografías de MEB ya ponen de manifiesto de manera cualitativa, es decir, que han quedado adheridos sobre el Ti c.p. restos de partículas de proyección cualquiera que sea la naturaleza empleada. En el caso de la proyección con TiO<sub>2</sub>, como se esperaba, no se han identificado naturalezas químicas diferentes al titanio. Sin embargo, también se visualizan restos de partículas sobre la superficie granallada (Figura 2.12).

Asimismo, se pone de manifiesto un descenso importante de la cantidad de silicio presente en las superficies granalladas con carburo de silicio y pasivadas con HF/HNO<sub>3</sub>, comparándolas con aquellas granalladas con el mismo tipo de partículas, pero pasivadas con HCl.

**Tabla 2.VIII** Porcentaje atómico (media  $\pm$  desviación estándar) de los elementos más representativos al analizar por EDS la superficie del Ti c.p. granallado.

Tipo de Partículas	Al	Si	Zr	Ti
ZR2	-	7,3 $\pm$ 0,9	15,5 $\pm$ 0,6	77,2 $\pm$ 0,3
ZR6	-	11,1 $\pm$ 2,1	17,9 $\pm$ 0,5	71,0 $\pm$ 1,3
TI6	-	-	-	99,9 $\pm$ 0,03
AL2	18,8 $\pm$ 2,2	-	-	81,2 $\pm$ 0,9
AL6	22,0 $\pm$ 1,7	-	-	78,0 $\pm$ 0,6
AL9	19,7 $\pm$ 2,2	-	-	80,3 $\pm$ 0,9
SI2	-	25,5 $\pm$ 2,0	-	74,5 $\pm$ 0,8
SI6	-	29,9 $\pm$ 1,8	-	70,1 $\pm$ 0,7
SI6-HF	-	9,9 $\pm$ 0,4	-	90,1 $\pm$ 0,2
SI9	-	23,4 $\pm$ 3,0	-	76,6 $\pm$ 1,4

### 2.4.4. Distribución de tamaños de partículas

La Figura 2.31 representa comparativamente la distribución de tamaños de las distintas naturalezas de partículas empleadas, antes de ser usadas.

La observación de los perfiles pone de manifiesto que, aunque todos los productos empleados eran comerciales – exceptuando las partículas de TiO<sub>2</sub>-, la distribución del tamaño de las partículas presenta diferencias significativas.

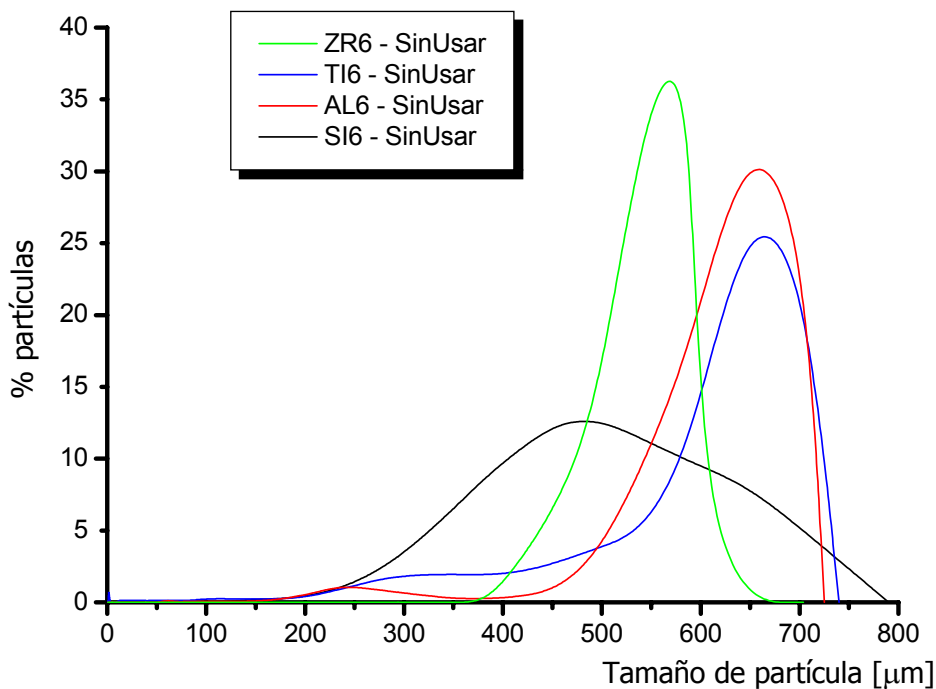
Las partículas de carburo de silicio tienen una distribución de tamaños con el mayor número de partículas, el pico de la distribución (447  $\mu$ m), en los valores intermedios del

intervalo normativo con una cantidad significativa de partículas de tamaños inferiores al mínimo del intervalo (425  $\mu\text{m}$ ).

Sin embargo, las partículas de alúmina ubican el pico de la distribución en los valores altos (615  $\mu\text{m}$ ), siendo los tamaños de la mayoría de las partículas mayores al valor superior del intervalo (600  $\mu\text{m}$ ). La dispersión de tamaños es claramente inferior a la que tienen las partículas de carburo de silicio.

Las partículas de circonita se distribuyen dentro del intervalo, sin partículas por encima o por debajo de los tamaños normalizados. El pico de la distribución (527  $\mu\text{m}$ ) también se ubica en los valores mayores de la distribución con dispersión de tamaños similar a la de las partículas de alúmina.

Las partículas de  $\text{TiO}_2$  que se han fabricado y cribado en el laboratorio, tienen una distribución similar a la de las partículas de alúmina (pico en 606  $\mu\text{m}$ ), incluso en el hecho de que ambas distribuciones presentan una pequeña cola, correspondiente a partículas de tamaños por debajo del valor mínimo del intervalo normalizado.



**Figura 2.31** Distribución de los tamaños de todas las naturalezas de partículas de proyección, antes de ser usadas (*SinUsar*).

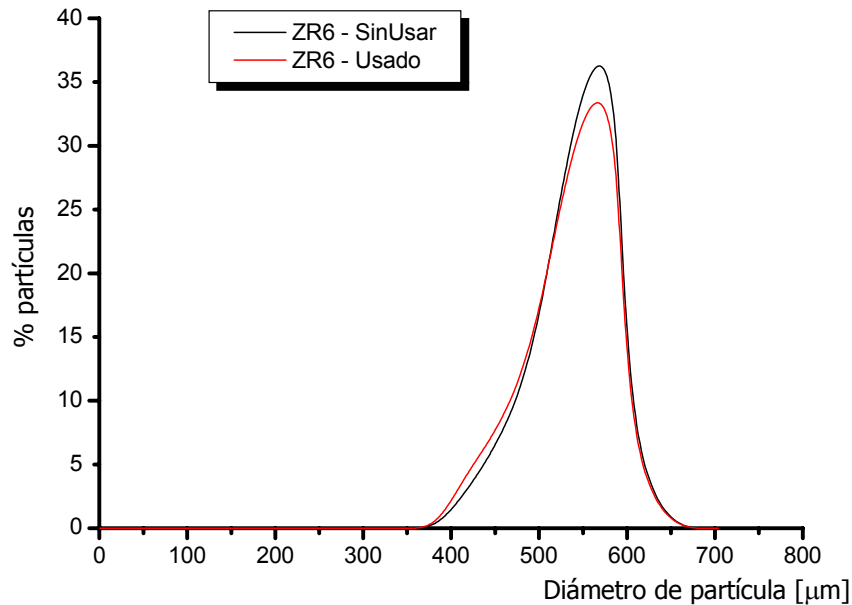
### 2.4.5. Porcentaje de rotura de partícula

En las Figuras 2.32 a 2.35 están representados las distribuciones de partículas de proyección antes y después de ser usadas, para cada una de las naturalezas estudiadas. En la Tabla 2.IX se muestran los resultados del cálculo del porcentaje de rotura de partícula con sus correspondientes desviaciones estándar.

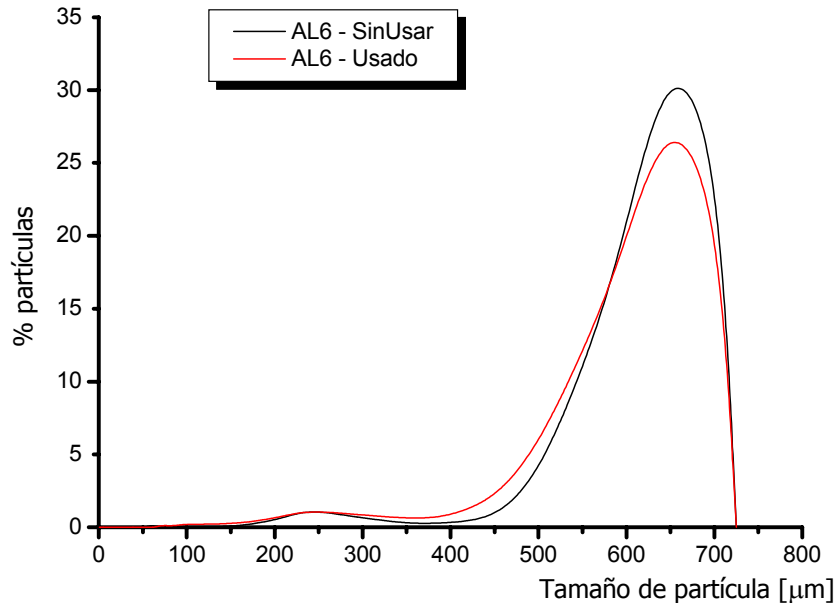
**Tabla 2.IX** Porcentaje de rotura de partícula calculado a partir de la fórmula referida en el Apartado 2.3.2.6. La desviación estándar  $[SD\%rotura]$  se ha calculado con la fórmula

$$SD\%rotura = \%rotura * \left( \left( \frac{SD\ SinUsar}{SinUsar} \right) + \left( \frac{SD Usado}{Usado} \right) \right)$$

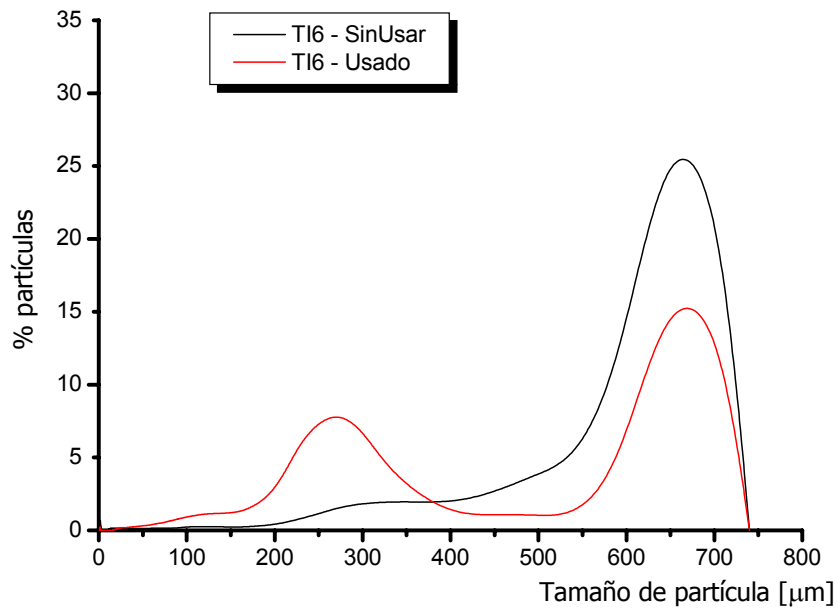
Partículas	Diam. SinUsar ± SD SinUsar [μm]	Diam. Usado ± SD Usado [μm]	% rotura ± SD % rotura
ZR6	490,6 ± 69,3	475,4 ± 104.6	3,1 ± 1,1
TI6	501,2 ± 193,0	375,6 ± 174.7	25,1 ± 21,3
AL6	580,2 ± 72,7	558,9 ± 90.2	3,7 ± 1,1
SI6	449,7 ± 123	394,6 ± 123,9	12,3 ± 7,2



**Figura 2.32** Representación gráfica de la distribución de las partículas de circonita (ZR6) antes y después de ser usadas para granallar discos de Ti c.p.

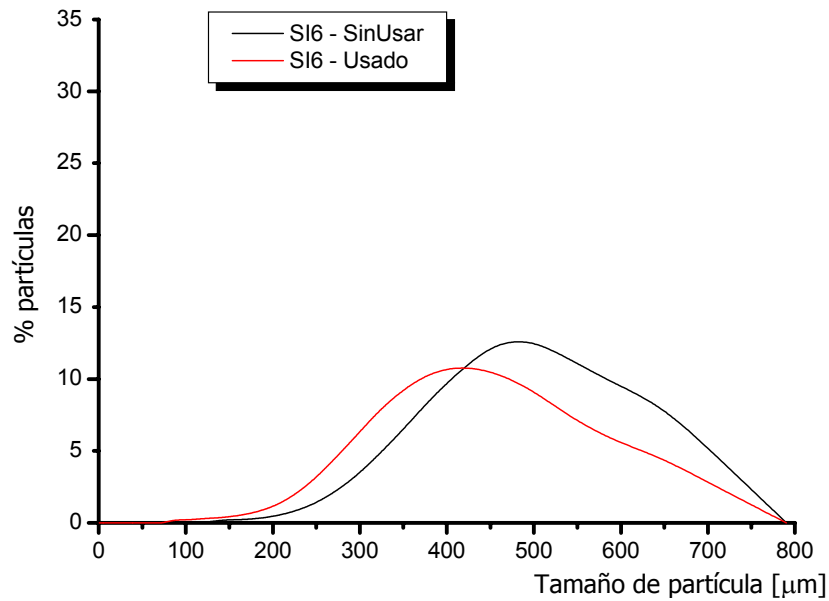


**Figura 2.33** Representación gráfica de la distribución de las partículas de alúmina (AL6) antes y después de ser usadas para granallar discos de Ti c.p.



**Figura 2.34** Representación gráfica de la distribución de las partículas de óxido de titanio (TI6) antes y después de ser usadas para granallar discos de Ti c.p.





**Figura 2.35** Representación gráfica de la distribución de las partículas de carburo de silicio (SI6) antes y después de ser usadas para granallar discos de Ti c.p.

Los resultados demuestran que las partículas de circona, alúmina y carburo de silicio tienen un comportamiento cualitativamente similar a la rotura. La pérdida de dimensiones se caracteriza por un desplazamiento del pico hacia un tamaño de partícula inferior que el de antes de ser usadas. Este desplazamiento es tanto mayor cuanto mayor es el porcentaje de rotura ( $\text{SiC} > \text{Al}_2\text{O}_3 > \text{ZrO}_2$ ), y está acompañado de una caída del porcentaje de partículas acumulado en el máximo.

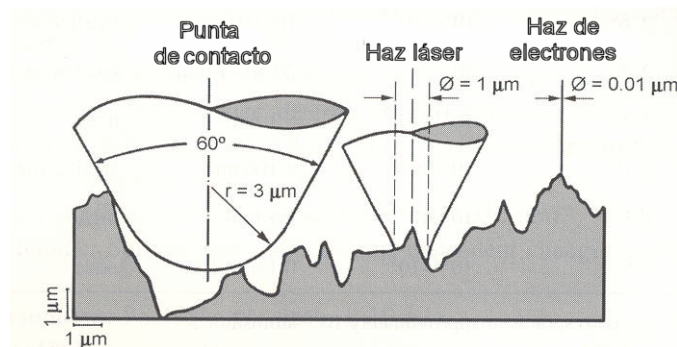
Sin embargo, la rotura de las partículas de óxido de titanio se caracteriza por la aparición de un segundo pico de partículas en un tamaño de partícula significativamente menor al pico original antes de ser usadas. Estas partículas son las que presentan un mayor porcentaje de rotura de partícula.



## 2.5. Discusión

Los aspectos determinantes para la caracterización de la rugosidad de una superficie son: (1) la selección del método de caracterización y (2) la selección de los parámetros calculados para su cuantificación. Estos aspectos, aplicados a los implantes dentales, han sido objeto de discusión en dos exhaustivos trabajos de investigación [WEN96]; [WIE99]. Las conclusiones más destacadas de ambos trabajos son:

- Se deben seleccionar y referenciar de forma exhaustiva las variables del método de caracterización utilizado con el objetivo de poder comparar adecuadamente los parámetros calculados para cuantificar la rugosidad.
- Los métodos ópticos (sin contacto) permiten caracterizar detalles más finos de la rugosidad de una superficie debido a su mayor resolución lateral. Esta mayor resolución tiene como causa el menor diámetro del elemento medidor (Figura 2.36) y como principal resultado un aumento del valor de la mayoría de los parámetros que se pueden calcular.



**Figura 2.36** Comparación de la manera de aproximación de la punta palpadora de contacto, el haz de luz láser y el haz de electrones a la topografía superficial. Cada una de las tres técnicas tiene capacidades claramente diferentes para resolver detalles topográficos de la superficie. Figura adaptada de [VWR01].

- Es conveniente el uso de métodos de caracterización tridimensional, al menos cualitativos, para una mejor descripción de la rugosidad.
- Se debe seleccionar un grupo de parámetros de caracterización suficientemente representativo de manera que no sólo se calculen aquellos parámetros que definen aspectos de caracterización vertical (altura) del perfil, sino también de los que lo hacen con los aspectos horizontales (espaciado) e, incluso, híbridos.

- Los parámetros calculados son dependientes de la longitud de muestra ensayada y, por lo tanto:

- Es imposible una cuantificación de la rugosidad “real” de la superficie en todos los órdenes de longitud de onda, desde cero a infinito [BEM99]. Como consecuencia, los parámetros de rugosidad obtenidos con diferentes métodos sólo son comparables dentro del mismo dominio de frecuencia espacial [MAT97].

- El valor de los parámetros calculados es dependiente del valor de la longitud de corte del filtro corrector de fase seleccionado. Este hecho es determinante para la correcta discriminación entre la ondulación y la rugosidad.

- Si se quiere describir y cuantificar adecuadamente las superficies complejas con detalles diferenciados de topografía en distintos órdenes dimensionales, se debe seleccionar una serie de técnicas complementarias de caracterización de la rugosidad. Por lo tanto, la selección de las diferentes técnicas debe cubrir la totalidad de los rangos dimensionales de interés.

- Se han desarrollado nuevos procedimientos con el objetivo de reducir el riesgo de perder información valiosa por estos hechos, como por ejemplo el método de la dimensión de perturbación [WRT92], el método de “análisis de longitud de escala variable” [CML98]; y el “ensayo de rugosidad según la longitud de onda” [WHH00]; [WSB00]; [WTS01].

Teniendo en cuenta todas estas conclusiones, y antes de analizar los resultados obtenidos, es preciso realizar una serie de comentarios con relación a este estudio.

Las variables relevantes de la perfilometría de contacto se pueden dividir en dos tipos: las normalizadas y las que no lo están.

De entre las variables no normalizadas encontramos:

(1) La zona de la muestra ensayada.

Esta variable es principalmente interesante cuando se caracterizan superficies anisotrópicas, en las que la dirección de ensayo puede influir en los valores de rugosidad calculados. En consecuencia, como con el granallado se obtienen superficies isotrópicas, la única consideración tomada ha sido elegir aquella posición que nos permitiera longitudes de ensayo (recorrido del palpador) lo más largas posibles, es decir, los diámetros del disco.

(2) La distancia entre lecturas.

Tampoco es una variable importante, en nuestro caso, por la misma razón expuesta en el Apartado anterior. La distancia la fijamos después de fijar el número de lecturas a realizar por disco, permitiendo que las lecturas fuesen equidistantes.

(3) El número de lecturas a realizar.

Las normativas existentes, como la DIN 4775, están basadas en la comparación del valor medio calculado con un número de lecturas determinando con respecto al valor de especificación técnica de fabricación y, por lo tanto, no son aplicables en nuestro caso. Para trabajos de investigación, Ohlsson y col. [ORP94] y Wennerberg [WEN96] han propuesto diferentes métodos para decidir el número de lecturas a realizar. Sin embargo, en este trabajo se han tomado en consideración las recomendaciones de Mattson [MAT97], por ser las que más se ajustan al tipo de ensayo realizado. Mattson propone que se realicen tantos ensayos como sea necesario para reducir la desviación estándar de los valores de  $R_a$  entre 0,1 y 0,2. Con las 15 lecturas evaluadas para cada tipo de tratamiento se ha conseguido este objetivo para casi todos los tratamientos Tabla 2.VII. Como es lógico, por la heterocedasticidad de las desviaciones de las muestras procedentes de poblaciones que se distribuyen según una ley normal, al aumentar el valor medio de la rugosidad, aumenta la desviación estándar. Teniendo en cuenta que las recomendaciones en [MAT97] son para muestras con rugosidades inferiores a las calculadas en este trabajo, aún en los casos que la desviación estándar supera ligeramente el valor 0,2, se puede considerar que la desviación es adecuada.

(4) La precisión del perfil (pixels por unidad de longitud).

Tomando en consideración que la perfilometría de contacto tiene menor resolución que las técnicas ópticas, se ha elegido la mayor precisión posible (1 pixel/ $\mu\text{m}$ ), aunque ello conlleve un consumo de tiempo superior para la realización de los ensayos.

Una de las principales causas por las que se seleccionó este método para la determinación de la rugosidad fue que algunas de las variables para la obtención y el análisis de perfiles bidimensionales están normalizadas (ISO 11562 y ISO 4428). De las variables normalizadas depende que el valor de los parámetros calculados sea correcto y comparable: longitud de corte del filtro corrector ( $\lambda_c$ ), longitud de muestra y longitud total de ensayo. De hecho, es tan importante el valor de estas variables, que se deben referenciar siempre cuando se detalla un determinado valor de rugosidad, es decir, el valor de rugosidad no tiene sentido sin saber el valor de  $\lambda_c$  o de la longitud de muestra.

El valor de  $\lambda_c$ , según norma, depende del valor de la rugosidad; así, a valores de rugosidad superiores, mayor es la  $\lambda_c$  que se ha de utilizar.

Asimismo, la normativa estipula que la longitud de muestra debe ser igual al valor de  $\lambda_c$ . En cada longitud de muestra, se calcula el parámetro correspondiente y, como valor final del parámetro se calcula la media aritmética de, al menos, cinco longitudes de muestra, lo cual fija la longitud total de ensayo. El hecho de fijar la longitud de muestra evita los problemas derivados de que el valor del parámetro es dependiente de la longitud de ensayo. Debido a las dimensiones de los discos y los valores de rugosidad obtenidos, se hizo imposible obtener los valores de rugosidad bajo norma. Consecuentemente, se ajustaron las condiciones de ensayo al máximo a la normativa, de tal manera que todos los tipos de tratamientos se midieron bajo las mismas condiciones para que los valores fuesen directamente comparables.

No existen normativas similares para los métodos de caracterización superficial tridimensionales y, por ello, no se tuvieron en consideración. Para la microscopía confocal láser ya hay trabajos muy exhaustivos proponiendo metodologías y cálculo de parámetros que permitan mediciones comparativas [USS00a]; [USS00b]. Aún así, al priorizar que la metodología empleada fuese válida para la industria, no es un método que se deba seleccionar por su difícil disponibilidad, ya que es caro y voluminoso.

En este sentido, también es cierto que la perfilometría de contacto no es capaz de realizar mediciones directamente sobre la superficie de un implante dental roscado, por la geometría del mismo con relación a las características morfológicas del aparato. La punta no es capaz de penetrar en los fondos de rosca y el brazo no es capaz de realizar su movimiento a lo largo del diente de rosca. Sin embargo, en un estudio posterior, que no es parte de esta tesis [APA00], se determinó por microscopía confocal láser que la rugosidad obtenida sobre un disco y sobre un implante, tratados bajo las mismas condiciones, no presentaba diferencias estadísticamente significativas para ninguno de los parámetros calculados.

Asimismo, la perfilometría de contacto no permite realizar mediciones en el orden nanométrico. Sin embargo, un granallado con partículas del tamaño de las seleccionadas en este estudio no confiere configuraciones topográficas a la superficie en este orden dimensional, tal y como se demostró en [WEN96] al realizar microscopías de fuerzas atómicas sobre superficies granalladas de Ti c.p. Por lo tanto, parece innecesario el uso de alguna de estas técnicas más capaces, como complemento a la perfilometría. En cualquier caso, con la MEB evaluamos cualitativamente el nivel de detalle nanométrico de las superficies. Asimismo, el uso de estrategias metodológicas, como las mencionadas anteriormente [WRT92]; [CML98]; [WTS01], para el control topográfico en distintos

órdenes dimensionales representan un consumo de tiempo y una logística excesiva para ser asumidas por la industria y, probablemente, innecesarias para el análisis de las superficies granalladas, en las que el detalle topográfico se centra en el orden micrométrico exclusivamente.

Los parámetros para la descripción cuantitativa de la rugosidad están todos normalizados [ISO 4427] y se han seleccionado en base a las recomendaciones que Wieland [WIE99] propuso para los implantes granallados. Sin embargo, su propuesta incluía, además de 4 parámetros verticales ( $R_a$ ,  $R_p$ ,  $R_v$ ,  $R_z$ ) y uno horizontal ( $S_m$ , aquí substituido por su recíproco,  $P$ ), dos parámetros híbridos que el software empleado en este estudio no calculaba. Así, se añadió un parámetro de altura (HSC) adicional para completar la caracterización.

## 2.5.1. Rugosidad

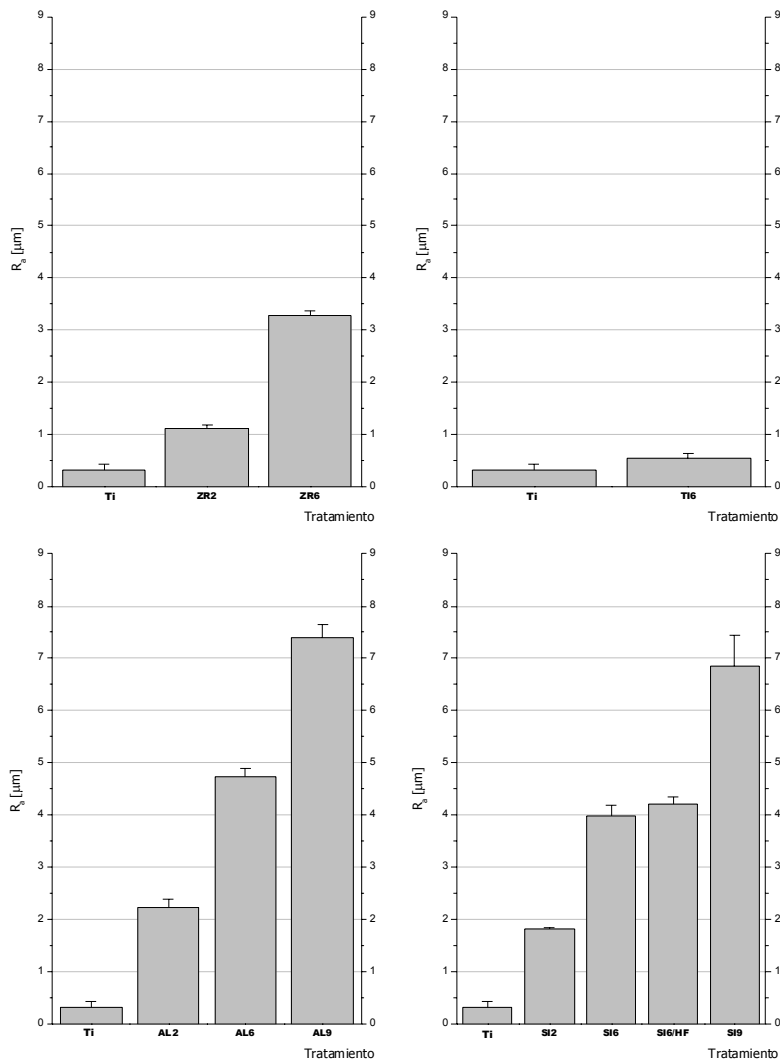
### 2.5.1.1. Influencia del tamaño de las partículas

Tal y como se perseguía en el planteamiento de este trabajo, la observación de las micrografías (Figuras 2.13 a 2.19), y de los perfiles de rugosidad obtenidos con el perfilómetro (Figura 2.30) evidencian cualitativamente lo que los resultados cuantitativos (Tabla 2.VII) demuestran (valores de  $R_a$ , por ejemplo): la rugosidad superficial aumenta al aumentar el tamaño de partícula (Figura 2.37). Este resultado no deja de ser evidente teniendo en cuenta que la diferencia en los tamaños de las partículas empleadas es significativo, con diferencias entre los máximos del intervalo de 300  $\mu\text{m}$  (entre AL2 y AL6) y 800  $\mu\text{m}$  (entre AL6 y AL9).

Tal y como ya se ha comentado, la rugosidad se ha cuantificado con una serie de parámetros verticales y horizontales. Los parámetros verticales aumentan al aumentar el aspecto rugoso de la superficie debido a que el impacto de las partículas deforma plásticamente una área superior, desplazando el metal a lado y lado de su periferia, dejando huellas de tamaño superior con picos más altos y valles más profundos. Contrariamente, los parámetros horizontales aumentan al disminuir los tamaños de las partículas y, por lo tanto, al disminuir el aspecto rugoso de la superficie. Esto es así porque los parámetros horizontales evalúan el número de picos y/o valles que hay por unidad de longitud de perfil. Consecuentemente, el impacto de partículas menores permite para una misma área tratada un mayor número de partículas impactando sobre ella y, por lo tanto, una menor distancia entre valles y picos.

Lo más interesante son los valores de rugosidad conseguidos al variar los tamaños de las partículas. En principio, para cuantificar exhaustivamente la superficie se debe aportar el

valor de los distintos parámetros calculados, ya que se pueden obtener diferencias entre unos parámetros y no obtenerlas entre otros, lo cual indica determinadas diferencias con respecto a la forma de los perfiles. Sin embargo, al comparar los valores de rugosidad al variar el tamaño de las partículas, todos los parámetros se comportan con las mismas tendencias, incluso en lo que a diferencias estadísticamente significativas se refiere. Este hecho pone de manifiesto, tal y como se observa en las micrografías (Figuras 2.13 a 2.19) que el tipo de rugosidad, para una naturaleza de partícula determinada, es el mismo, cualquiera que sea el tamaño de las partículas. Con el granallado se obtienen topografías irregulares y sin textura, es decir, sin una dirección o distribución específica de los detalles de la rugosidad.



**Figura 2.37** Representación gráfica de los valores de  $R_a$  para Ti c.p. granallado, comparando el efecto del tamaño de partícula de proyección para las distintas naturalezas de partículas estudiadas.



Con estos resultados, el análisis se puede hacer tomando un sólo parámetro, puesto que es indicador general de la rugosidad. En implantes dentales, como en muchos otros tipos de piezas, el valor que se suele referenciar es el parámetro  $R_a$ , que por su definición da una idea más intuitiva de lo que entendemos por rugosidad.

Es difícil comparar los valores de  $R_a$  obtenidos con otros estudios, puesto que los métodos y las variables metodológicas (longitud de ensayo, filtros, etc.) son diferentes en función de cada estudio cuando, en el mejor de los casos, estas variables están referenciadas. Hay numerosos trabajos donde o no se emplea método ninguno para evaluar la topografía superficial [FRE72]; [ROW93], o sólo se emplea un método cualitativo como el MEB [ICP87]; [CGB90]; [CSW94]; [NMK94], o la metodología de cuantificación está pobremente descrita [SSK90]; [BSS91]; [KVV94]; por poner algunos ejemplos. Sin embargo, existen excepciones aisladas donde la metodología está más o menos completamente descrita [SCR92]; [LTL94]; [MSH95]. Finalmente, el primer trabajo encontrado para materiales de implantes dentales con una exhaustiva descripción del método fue el publicado en 1994 por Ungersböck y Rahn [UNR94]; pero los tratamientos empleados en su trabajo no permiten la comparación con los resultados de éste. De nuevo, los trabajos de Wennerberg [WEN96] y Wieland [WIE99] permiten llevar a cabo estas comparaciones y extraer conclusiones por su exhaustividad en la descripción de los métodos y por el tipo de tratamientos llevados a cabo para hacer rugosa la superficie de los implantes dentales.

En ambos trabajos el método de caracterización fue óptico, microscopía confocal láser y perfilometría láser, respectivamente. En consecuencia, tal y como se ha comentado anteriormente y ya se ha comprobado [WSW99], para la misma superficie estos métodos obtienen valores de  $R_a$  superiores a los calculados con perfilometría de contacto. En efecto, en [WIE99] para granallados con partículas de alúmina del mismo tamaño empleado en AL6 sobre Ti c.p. de Grado III y a una presión similar, el valor de  $R_a$  fue 5,38  $\mu\text{m}$ ; ligeramente superior a los 4,74  $\mu\text{m}$  calculados para AL6. De la misma manera, en [WEN96], para granallados con partículas de alúmina un poco más pequeñas que AL2, el valor de  $R_a$  fue 2,11  $\mu\text{m}$ ; prácticamente igual a los 2,24  $\mu\text{m}$  calculados para AL2. En un estudio reciente de Wieland y col. [WTS01] al granallar con partículas de alúmina de tamaño ligeramente superior a AL2, el  $R_a$  obtenido con perfilometría láser fue 3,93  $\mu\text{m}$ , significativamente superior a los 2,24  $\mu\text{m}$  calculados para AL2. Aquí las diferencias ya se hacen apreciables puesto que se adiciona a  $R_a$  la pequeña diferencia en los tamaños de partículas con el cambio de método de caracterización. Sin embargo, para condiciones muy similares, Taborelli y col. [TJF97] caracterizaron las superficies granalladas con microscopía de fuerzas atómicas, obteniendo valores de  $R_a$  cuatro veces inferiores a los obtenidos con AL2. Este hecho pone de manifiesto que no es adecuado el uso de estos microscopios para cuantificar la rugosidad de superficies granalladas con partículas de estos tamaños, ya que la

superficie analizada es de dimensión inferior al detalle de la rugosidad. Por otra parte, en [OAS00], bajo condiciones de granallado similares a AL6, los valores que obtuvieron con perfilometría de contacto fueron significativamente inferiores a los calculados en este Capítulo, lo cual puede ser debido o a una incorrecta utilización de las variables de ensayo, que no son referenciadas, o a la influencia de alguna otra variable del tratamiento de granallado, como por ejemplo la presión de proyección [ACC97], que tampoco referencian.

De estos resultados se puede concluir que la perfilometría de contacto y la selección de sus variables, llevada a cabo en este estudio para la cuantificación de la rugosidad, es adecuada, puesto que comparada con y tomando como guía en la selección de las variables los trabajos mejor referenciados en la literatura consultada, nuestros resultados son comparativamente similares. Esto implica que, los valores de los parámetros se han de acompañar de todas las variables del método para facilitar la comparación, tal y como se ha puesto de manifiesto. Asimismo, se deben referenciar adecuadamente todas las variables del granallado con el objetivo de poder explicar las posibles diferencias en los valores de rugosidad calculados.

### 2.5.1.2. Influencia de la naturaleza de las partículas

Todas estas comparaciones se han podido hacer exclusivamente con estudios en los que se han empleado partículas de alúmina. De hecho, los trabajos de otros investigadores donde se emplea el granallado tienen como único objetivo la determinación de la influencia del tratamiento sobre la rugosidad superficial; y ésta en la respuesta biológica y/o de degradación del material. No se evalúa ni la influencia del tamaño de partícula ni la influencia de la naturaleza de la misma. Wenneberg sí lo ha hecho, tanto con respecto al tamaño [WAA95a]; [WAL96], como a la naturaleza [WAA95b]; [WAJ96]. No obstante, sus estudios abarcaron un rango de tamaño de partículas y de rugosidades inferior al nuestro (máximo de 250  $\mu\text{m}$ ), y las partículas que estudiaron fueron el  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y el  $\text{TiO}_2$ , únicamente.

En [WAA95b] y en [WAJ96] las partículas de óxido de titanio empleadas fueron de 25  $\mu\text{m}$  de tamaño. La rugosidad obtenida con microscopía confocal láser fue de  $R_a = 0,91 \mu\text{m}$ . Esta rugosidad es sustancialmente superior a la obtenida al granallar con las partículas que se han preparado por sinterización en el laboratorio, las cuales, a pesar de que su tamaño original estaba entre 290-570  $\mu\text{m}$  (Tabla 2.VI), (Figura 2.31), sólo han permitido obtener  $R_a$  c.p. con  $R_a = 0,54 \mu\text{m}$ .

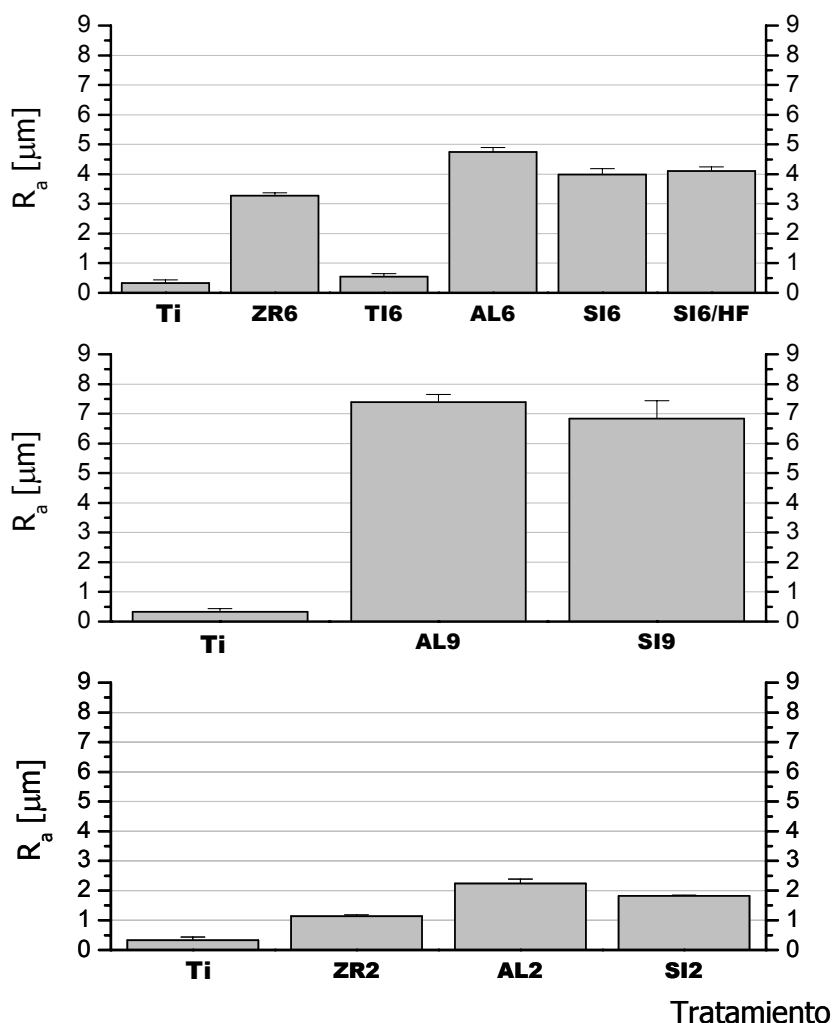
La baja rugosidad pone de manifiesto las bajas propiedades mecánicas que poseen las partículas sinterizadas de  $\text{TiO}_2$ , tal y como demuestran los valores de rotura calculados (Tabla 2.IX). Las partículas de  $\text{TiO}_2$  se rompen más del doble que las de  $\text{SiC}$ , y casi siete

veces más que las de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{ZrO}_2$ ; y presentan dos picos en su curva de distribución de tamaños después de ser usadas (Figura 2.34), uno a valores muy bajos ( $236,9 \mu\text{m}$ ) y el otro en la misma posición que el que había antes de ser usadas. Este último muestra aquellas partículas que no han impactado durante el proceso de granallado, por lo tanto, las diferencias en los porcentajes de rotura se harán más amplias a medida que se vayan tratando más piezas, a la vez que ratifica que las partículas de óxido de titanio que sí han impactado han quedado muy disgregadas, perdiendo por completo su característica de tamaño. Este hecho era evidente en el momento de realizar el granallado, puesto que, a diferencia del uso de las otras naturalezas de partículas, con las de  $\text{TiO}_2$  se formaba una gran nube de polvo en la cabina de tratamiento que, prácticamente, impedía la visión en su interior.

Sin duda, estas propiedades mecánicas tan pobres son causa del proceso de fabricación llevado a cabo. Este proceso de sinterización no está optimizado, principalmente porque el polvo de partida no se compactó en prensa, con lo que la porosidad inicial inherente a las partículas se ha de suponer elevada, comprometiendo las propiedades mecánicas hasta el punto de hacerlas inútiles para ser empleadas en el tratamiento de granallado.

Sin embargo, la rugosidad obtenida, es leve pero estadísticamente superior a la de los discos control,  $R_a = 0,33 \mu\text{m}$  (Figura 2.37), (Tabla 2.VII) y, según el pionero estudio de Predecki y col. [PAS72], es del tipo y del orden del valor mínimo necesario para que haya fijación y crecimiento del hueso hacia el implante,  $R_a=0,502 \mu\text{m}$ . En consecuencia, aunque no con los valores de rugosidad inicialmente previstos, mantendremos este tratamiento para el estudio celular *in vitro* del Capítulo 3, puesto que el motivo por el que se seleccionaron estas partículas fue su coincidencia de naturaleza con la del óxido que hay sobre el titanio metal y, por lo tanto, su capacidad para no contaminar, tal y como también se ha demostrado en este estudio (Tabla 2.VIII).

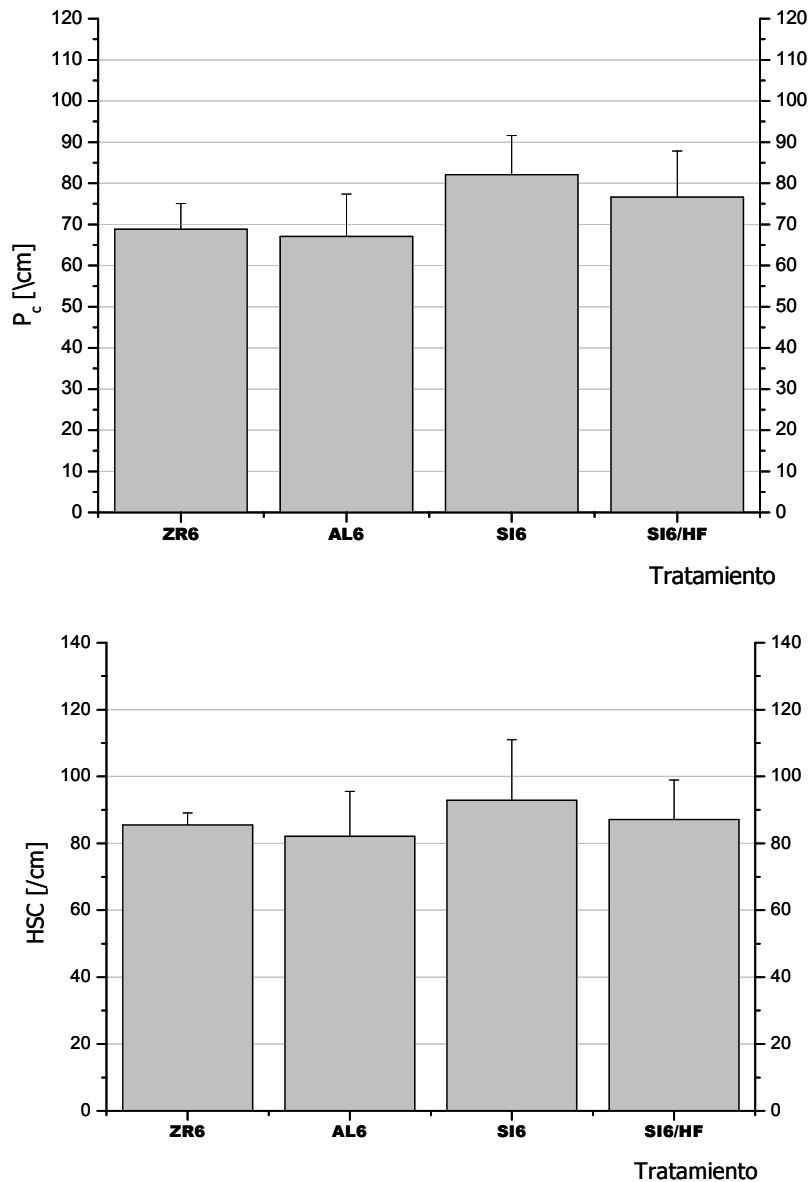
Las partículas de óxido de circonio son esféricas a diferencia de las de carburo de silicio y las de óxido de aluminio (Figura 2.6). Este es el principal motivo por el que los parámetros de altura, entre ellos  $R_a$ , sean clara y estadísticamente inferiores en el caso del Ti c.p. granallado con  $\text{ZrO}_2$ , cuando se compara con las otras naturalezas para un mismo tamaño (Figura 2.38), (Tabla 2.VII). De hecho, el tipo de rugosidad es diferente, tal y como demuestran las micrografías del MEB (Figuras 2.11, 2.13 y 2.16). Las partículas de  $\text{ZrO}_2$  permiten obtener superficies más suaves, sin picos ni valles agudos, lo que influye en los valores calculados [BAJ88]; [NUS88]. Sin embargo, esta diferencia en el tipo de rugosidad no se aprecia fácilmente en los perfiles de rugosidad obtenidos con el perfilómetro de contacto (Figura 2.30).



**Figura 2.38** Representación gráfica de los valores de  $R_a$  para Ti c.p. granallado, comparando el efecto de la naturaleza de la partícula de proyección para los distintos tamaños de partículas estudiados.

El hecho que los valores de los parámetros de altura sean diferentes no nos aporta datos que confirmen cuantitativamente las diferencias cualitativas en el tipo de rugosidad obtenido con las partículas de  $\text{ZrO}_2$ . Sin embargo, cuando realizamos el test estadístico sobre los parámetros de espaciado ( $P_c$  y HSC), entre las partículas ZR6 y las AL6, SI6 y Si/HF6, las leves diferencias entre el valor de estos parámetros no son estadísticamente significativas (Figura 2.39). Es decir que, con respecto a la distancia entre picos y/o entre valles, las partículas de  $\text{ZrO}_2$  obtienen rugosidades similares a las obtenidas con el resto de naturalezas de partículas. Este resultado sí que confirma cuantitativamente las diferencias, puesto que los picos y valles de las superficies granalladas con óxido de circonio están igual de espaciados, pero son menos altos y menos profundos, es decir, tienen ángulos menos agudos. Asimismo, se confirma la conveniencia de calcular un conjunto de parámetros de rugosidad que sean capaces de identificar estas diferencias para tener una mejor descripción

cuantitativa de la superficie. Para la partículas de tamaños pequeños, las diferencias para los valores de los parámetros de espaciado entre los discos ZR2 y los discos AL2 y SI2 sí son estadísticamente significativas, pero es debido a que el intervalo de tamaños de partículas incluye partículas inferiores a las de óxido de aluminio y carburo de silicio, a diferencia de los intervalos de tamaños para las partículas de tamaños medios, donde todas estas naturalezas tiene intervalos idénticos (Tabla 2.VI).



**Figura 2.39** Representación gráfica de los valores de  $P_c$  y HSC para Ti c.p. granallado, comparando el efecto de la naturaleza de la partícula de proyección para el tamaño de partícula medio.

Los resultados también confirman que hay diferencias estadísticamente significativas en los valores de  $R_a$  entre los discos granallados con partículas de  $Al_2O_3$  y de SiC, para un mismo tamaño de partícula (Tabla 2.VII), (Figura 2.38). Este hecho se puede explicar tomando en consideración tres causas diferentes:

(1) La distribución de los tamaños de partículas.

Este factor puede ser determinante, puesto que para un misma nomenclatura normalizada de tamaños de partícula [FEPA 42-F-1984], la distribución final dentro del producto comercial puede ser muy variable, dependiendo del material o del fabricante [BOH99]; [NUS88]. Esto es debido a la permisividad de la norma en cuanto a los porcentajes de rechazo exigidos para cada apertura de malla en el tamizado; lo cual favorece la variación en las distribuciones sin, por ello, incumplirla.

De hecho, los resultados de distribución de tamaños así lo confirman (Figura 2.31). Las partículas de óxido de aluminio tienen un valor medio de 580,2  $\mu m$  con su distribución desplazada hacia los valores altos dentro del rango con el pico en 615  $\mu m$ . Sin embargo, las partículas de SiC, a pesar de tener un valor medio de 449,7  $\mu m$ , que está comprendido entre la horquilla que permite la norma para la denominación F36 (425-600  $\mu m$ ), muestra una distribución claramente diferente. El rango de partículas con diferentes tamaños es más amplio, y la posición del pico se sitúa en un valor significativamente más bajo (447  $\mu m$ ) que para el óxido de aluminio. El valor medio y el pico, en este caso, son prácticamente iguales confirmando su distribución Gaussiana.

En consecuencia, a pesar de que las partículas de SiC y  $Al_2O_3$  tienen normativamente el mismo rango de tamaños, es de esperar que las partículas de alúmina dejen huellas de tamaño superior, puesto que hay más probabilidades que la partícula que impacte sea mayor.

(2) Las propiedades físicas y mecánicas de las partículas.

La dureza, la tenacidad a la fractura y la densidad de las partículas de proyección pueden influir en la rugosidad debido a que la transferencia de energía cuando la partícula impacta depende de su facilidad para la rotura, así como de su masa [MKW95]. En este sentido, las partículas de alúmina tienen mayor densidad y mayor tenacidad a la fractura (3,92  $g/cm^3$  y 3,9  $MPa \cdot m^{1/2}$ , respectivamente) que las de SiC (3,22  $g/cm^3$  y 3,3  $MPa \cdot m^{1/2}$ ). Además, el *ball mill friability index* (BMFI) es significativamente mayor para las partículas de SiC (54) que para las partículas de  $Al_2O_3$  (11,4) (Tabla 2.V). El BMFI es un ensayo que determina la facilidad de rotura de los abrasivos en forma de partícula cuando se someten a impactos. Cuanto mayor es el índice más se rompen las partículas. En la industria del granallado se emplea

más este dato que el de la tenacidad a la fractura, puesto que es mejor indicador de esta capacidad tecnológica de las partículas. Estos datos también corroboran los resultados de rotura de partícula, donde la rotura de partícula calculada para el carburo de silicio (12,3 %) prácticamente triplica el valor de rotura para la alúmina (3,7 %). Por su parte, las partículas de circonita, a pesar de poseer tenacidad a la fractura inferior ( $2,5 \text{ MPa m}^{1/2}$ ) a la alúmina y al carburo de silicio (Tabla 2.V), su porcentaje de rotura (3,1 %) es inferior al de ambos tipos de abrasivos. Esto se explica por la forma de las partículas, ya que las partículas esféricas distribuyen con más uniformidad los esfuerzos internos en el momento del impacto, disminuyendo así la posibilidad de fractura [BA]88].

En consecuencia, la transferencia de energía en el momento del impacto es mayor con las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  que con las de SiC. Esto es así porque cuanto mayor sea la masa, para la misma velocidad (presión de proyección), mayor será la energía cinética de la partícula; y, cuanto menor sea la rotura de la partícula, menor será la pérdida energética en el momento del impacto. Además se ha de tener en cuenta que cuanto mayor es la energía en el impacto, mayor es la deformación plástica sobre el metal [MKW95]. El resultado es que la rugosidad superficial de las superficies granalladas con partículas  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , también en este caso, ha de ser mayor que si son granalladas con partículas de SiC.

La mayor transferencia de energía también genera una superficie más trabajada en frío, con tensiones residuales de compresión superiores, las cuales pueden influir en otras propiedades, como la corrosión, que son estudiadas en el Capítulos 4 de esta Tesis Doctoral.

### (3) La forma de las partículas

El número de filos en una partícula y/o el valor de sus ángulos puede influir en el aspecto cualitativo de la rugosidad de la superficie y, por lo tanto, como ya se ha comentado para los resultados con circonita, los valores de los parámetros de rugosidad [ADH91]. Sin embargo, tanto las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  como las de SiC son anguladas sin diferencias apreciables (Figura 2.6).

Cualquiera de estos tres factores puede explicar la mayor rugosidad del Ti c.p. granallado con partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  comparado con el granallado con SiC; pero, a pesar de que ésta se debe, con casi total seguridad, a una combinación de los tres factores, el que más influencia puede tener es la diferente distribución de tamaños de partícula.

De todos estos resultados se puede también concluir que mediante perfilometría de contacto y para superficies de Ti c.p. granallado con rugosidades del orden de las obtenidas en este estudio, la rugosidad queda definida cuantitativamente con la utilización de un

parámetro de altura (vertical) y un parámetro de espaciado (horizontal). La selección de estos dos parámetros se puede hacer según diferentes criterios pero, en este caso, se ha decidido elegir  $R_a$ , como parámetro de altura; y  $P_c$ , como parámetro de espaciado.

El primero por ser el parámetro cuya definición da una idea más precisa de lo que se entiende por rugosidad y, sobre todo, porque es el parámetro más utilizado por la industria y los investigadores. De esta manera se facilita la comparación entre estudios y productos de diferentes procedencias, siempre teniendo en cuenta todas las advertencias previas que ya se han explicado.

El parámetro  $P_c$  se define como el número de ciclos pico-valle por una unidad de longitud, mientras que HSC se define como el número de picos por unidad de longitud. Con el objetivo de correlacionar los resultados de rugosidad con la respuesta celular, así como con la fijación del implante *in vivo*, no hay un parámetro que por su definición haga más conveniente su uso. Sin embargo, aunque tampoco explica el porqué de su selección, Wieland [WIE99] eligió el recíproco de  $P_c$ , que es el parámetro  $S_m$ . Puesto que su trabajo, con respecto a este punto, es una referencia ampliamente aceptada, también elegimos  $P_c$  para facilitar la comparación, no con los estudios que ya se han publicado, en los que este tipo de parámetros no se han utilizado, sino con el convencimiento de que en futuros trabajos este parámetro será más calculado que HSC.

### 2.5.1.3. Otras variables con influencia

Los valores para los parámetros de rugosidad verticales de los discos SI6/HF son superiores a los SI6 (Tabla 2.VII), (Figura 2.38); aunque las diferencias no son significativas. Este hecho puede ser causado porque el uso de HF/HNO<sub>3</sub> no sólo pasiva la superficie del titanio (acción preferente del HNO<sub>3</sub>), sino que el ácido también ataca preferentemente los bordes de grano del metal (acción preferente del HF), lo que provoca las diferencias cualitativas entre estos dos tratamientos comentadas con anterioridad. Es posible que si se hubiese utilizado un perfilómetro óptico, el aumento de rugosidad se habría calculado con mayor diferencia. Los métodos ópticos tienen mayor resolución horizontal y, por lo tanto, pueden detectar picos y valles de diámetro inferior, como los que superpone el ataque ácido a los obtenidos con el granallado.

Sin embargo, en otros estudios [VWR01] se han determinado diferencias estadísticamente significativas entre Ti c.p. granallado con y sin ataque ácido posterior, pero en sentido contrario, es decir, los materiales con el ataque químico adicional presentaban rugosidades inferiores. Esto es así porque en esos estudios, el ataque ácido se hizo con el objetivo de superponer la rugosidad en el orden dimensional inferior al conseguido con el granallado. Los ataques ácidos eran más agresivos que el aplicado en este trabajo, lo cual provocaba un



ataque preferencial en las puntas de los picos y en los fondos de los valles, donde el aumento local de la energía superficial hace más reactivos a estos puntos. La consecuencia es un rebaje por redondeo de estas zonas y, por lo tanto, una disminución de la rugosidad total.

La presión de proyección y el tiempo de proyección, así como el ángulo de incidencia entre el haz de las partículas y la superficie tratada, son variables del granallado que tienen influencia en la rugosidad obtenida [MKW95]; [LWW95]. En nuestro estudio estas variables se han mantenido fijas y la selección de los valores se ha efectuado en función de los resultados de dos estudios previos en los que se optimizaron, en función de estas variables, las propiedades mecánicas de los implantes dentales de Ti c.p. [MAR96]; [APA97]. Esto está determinado porque estas tres variables tienen principalmente influencia sobre las tensiones residuales de compresión inducidas, las cuales a su vez modifican significativamente la dureza superficial y la fatiga mecánica del metal [CMY95]; [GRO97]; [KMM98].

### **2.5.2. Contaminación superficial**

En primer lugar se ha de comentar que el término contaminación tiene una connotación peyorativa que, en este caso, no tiene porqué reafirmarse. La presencia de la contaminación, es decir, de las partículas de proyección procedentes del granallado sobre la superficie del Ti c.p., si bien en principio es indeseable porque modifica la naturaleza química y la homogeneidad estructural original de la superficie del metal, no está comprobado que sea perjudicial para el buen desarrollo biológico de las células y del tejido. De hecho, el Capítulo 3 de esta Tesis Doctoral evalúa en un estudio celular *in vitro* si la connotación peyorativa del término se ha de aplicar o no en este caso. Mientras no se confirme lo contrario, la palabra contaminación, aquí, sólo hace referencia a la presencia de un elemento extraño sobre la superficie de los discos tratados.

Las micrografías de MEB (Figuras 2.10 a 2.23) ponen de manifiesto que todas las superficies granalladas poseen restos de partículas de proyección que han quedado adheridas y que no se han podido retirar, incluso después del exhaustivo lavado en ultrasonidos. Se visualizan mejor las partículas sobre aquellas superficies granalladas con partículas medianas o grandes, puesto que los pedazos de las partículas rotas son de tamaños mayores, hasta de 100  $\mu\text{m}$  (Figuras 2.20 a 2.23).

Para comprobar que los restos observados sobre las superficies eran procedentes de las partículas de granallado se hicieron análisis de semicuantificación de la presencia de los elementos más significativos para cada tipo de partícula empleada con la ayuda de un EDS acoplado al MEB (Tabla 2.VIII). Los resultados confirman los restos sobre todas las

superficies así como su procedencia ya que, en ningún caso, se encontraron restos de otros elementos diferentes a aquellos que procedían o del metal (Ti) o de las partículas (Si, Al, Zr, según el caso). El caso de los discos TI6, donde las partículas de proyección eran de  $TiO_2$ , no se encontraron restos de otras naturalezas, demostrando la ausencia de contaminación con naturalezas extrañas a las de la superficie del Ti c.p., tal y como se esperaba.

Las bajas desviaciones estándar de los valores calculados son destacables, puesto que evidencian una significativa uniformidad de la contaminación a lo largo de toda la muestra.

Los resultados de cuantificación no pueden ser comparados directamente entre los distintos tratamientos, por la técnica en sí, que es semicuantitativa, así como porque no se incluyen en el análisis elementos tan significativos como el oxígeno, el cual posee su nivel energético principal de emisión muy cercano al del titanio, por lo que el analizador los confunde.

No obstante, sí se puede concluir que la cantidad de contaminación en los discos granallados no depende del tamaño de partícula, tal y como se comprueba al comparar los resultados de AL2, AL6 y AL9 (porcentaje de aluminio); o de SI2, SI6 y SI9 (porcentaje de silicio); o de ZR2 y ZR6 (porcentajes de silicio y circonio) (Tabla 2.VIII).

Sin embargo, sí que se aprecian diferencias entre la cantidad de elemento contaminante al comparar los discos granallados con SiC, pero pasivados con distintos ácidos, es decir, SI6 y SI6/HF. El porcentaje atómico de silicio en los discos pasivados con HCl (29,9 %) triplica el de los discos pasivados con HF/HNO<sub>3</sub> (9,9 %). Estos resultados confirman que el ataque del HF sobre el SiC hace una labor adicional de limpieza, la cual, si bien efectiva en modo que reduce la contaminación, no lo es para una completa limpieza de la superficie. Si se aumentase el tiempo o la concentración de HF en el ataque, se comprometerían las propiedades mecánicas del Ti c.p. ya que el ataque intergranular que efectúa este ácido fragilizaría en exceso al metal [BOY94].

## 2.6. Conclusiones

Del análisis de los resultados obtenidos en este Capítulo se puede concluir que:

(1) El método de la perfilometría de contacto es un método adecuado para la cuantificación de la rugosidad del Ti c.p. granallado. Puesto que el valor de los parámetros calculados depende de la selección de la longitud de corte, de la longitud de muestra y de la longitud total de ensayo, estas variables se deben referenciar para poder comparar los resultados obtenidos con otros trabajos. Es conveniente combinar esta cuantificación con la observación de las superficies por microscopía electrónica de barrido.

(2) Para la descripción cuantitativa de la rugosidad del Ti c.p. granallado es suficiente con calcular un parámetro de altura (vertical) y un parámetro de espaciado (horizontal). Se proponen  $R_a$  (altura) y  $P_c$  (espaciado), principalmente, para facilitar la comparación de resultados con otros trabajos de investigación y otros productos comerciales.

(3) El tamaño de las partículas de proyección es la variable del granallado que más influye en los valores de los parámetros de la rugosidad del Ti c.p. Al aumentar el tamaño de las partículas aumenta la rugosidad en altura (aumenta  $R_a$ , disminuye  $P_c$ ).

(4) La forma de las diferentes naturalezas de las partículas de proyección influye cualitativa y cuantitativamente en la rugosidad del Ti c.p.

Las partículas de  $ZrO_2$  tienen forma esférica a diferencia de las de  $Al_2O_3$  y las de SiC, que son anguladas. Como consecuencia, el Ti c.p. granallado con las primeras tiene una topografía con cráteres redondeados, en lugar de con valles y picos escarpados. Esto se traduce en  $R_a$  menor y similar  $P_c$ .

(5) Las diferencias que las normativas permiten en la distribución del tamaño de las partículas, pueden influir sobre la rugosidad. Esta es la principal causa que justifica la mayor rugosidad del Ti c.p. granallado con partículas de  $Al_2O_3$ , comparado con el granallado con SiC. La mayor densidad y menor friabilidad de las partículas de  $Al_2O_3$  también contribuye en esta diferencia.

(6) Las partículas de  $TiO_2$  fabricadas por sinterización en el laboratorio no tienen las propiedades mecánicas adecuadas para ser empleadas en el granallado.

(7) Todas las naturalezas de partículas de proyección han contaminado la superficie de los discos de Ti c.p. al quedar restos de las partículas adheridos, después de su limpieza y pasivado.

(8) El tamaño de las partículas de proyección no influye en el nivel de contaminación de las superficies.

(9) El tratamiento de pasivación con HF/HNO<sub>3</sub> llevado a cabo sobre los discos de Ti c.p. granallado con SiC, es más efectivo limpiando los discos que el tratamiento de pasivado con HCl. No obstante, no ha impedido que queden también restos de partículas de SiC en la superficie del metal. Además, el pasivado con HF/HNO<sub>3</sub> no sólo pasiva la superficie, sino que también la ataca químicamente, modificando su topografía en la escala submicrométrica.

## 2.7. Referencias

- [ACC97] Alfonsi S, Chiesa R, Cigada A, Faré S, Rondelli G, Vicentini B. Surface Finishing of Titanium Dental Implants. 13<sup>th</sup> European Conference on Biomaterials, Göteborg (1997) P116.
- [ADH91] Arnell RD, Davie PB, Halling J, Whomes TL. "Tribology: principles and design applications" Mc Millan, London (1991).
- [ALF84] Alfrey AC. Aluminium intoxication. N Engl J Med 310 (1984) 1113-1115.
- [APA97] Aparicio C. Aplicación del *shot peening* en implantes dentales de titanio para la mejora de las propiedades mecánicas y la osteointegración. Proyecto final de carrera, Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona (1997).
- [APA00] Aparicio C, Gil FJ. Estudio técnico para Klockner, S.L. (2000).
- [ASTM E11-01] Standard Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes (2001).
- [ASTM E384-99e1] Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials (1999).
- [ASTM E3-86] Standard Methods of Preparation of Metallographic Specimens (1986).
- [ASTM F67-89] Standard Specification for Unalloyed Titanium, for Surgical Implant Applications (1989). Reapproved in 1994.
- [BAJ88] Barzoukas H, Jauffret J. Peening con Perdigones Cerámicos. Traducción de Informe interno de SEPR, Paris (1988).
- [BBL98] Buser D, Belser UC, Lang NP, The original one-stage dental implant system and its clinical applications. Periodontology 2000 17 (1998) 106-118.
- [BDL01] Boyan BD, Dean DD, Lohmann CH, Cochran DL, Sylvia VL, Schwartz Z. The Titanium Bone-Cell Interface *In vitro*: The Role of the Surface in Promoting Osseointegration. En "Titanium in Medicine: material science, surface science, engineering, biological responses and medical applications"; eds. Brunette DM, Tengvall P, Textor M, Thomsen P. Springer Verlag, Berlin (2001), p. 561-586.
- [BEM89] Benett JM, Mattsson L. "Introduction to surface roughness and scattering". Optical Society of America, Washington D.C. (1989).
- [BLJ00] Blunt L, Jiang XQ. Three dimensional measurement of the surface topography of ceramic and metallic orthopaedic joint prostheses. J Mat Sci: Mater Med 11 (2000) 235-246.
- [BNH98] Buser D, Nydegger T, Hirt HP, Cochran DL, Nolte LP. Removal torque values of titanium implants in the maxilla of miniature pigs. Int J Oral Maxillofac Implants 13 (1998) 611-619.
- [BNO99] Buser D, Nydegger T, Oxland T, Cochran DL, Schenk RK, Hirt HP, Snétivy D, Nolte LP. Influence of surface characteristics on the interface shear strength between titanium implants and bone. A biomechanical study in the maxilla of miniature pigs. J BIomed Mater Res 45 (1999) 75-83.
- [BOH99] Bohn P. Quality control of shot media by sieve analysis. Shot Peener 13 (1999) 6-9.
- [BOY94] Boyer R. Welsh G, Collins EW (eds.) "Materials Properties Handbook: Titanium Alloys". ASM International, Materials Park (1994).

- [BSS91] Buser D, Schenk RK, Steinemann S, Fiorellini JP, Fox CH, Stich H. Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implants. A histomorphometric study in miniature pigs. *J Biomed Mater Res* 25 (1991) 889-902.
- [BUS01] Buser D. Titanium for Dental Applications (II): Implant with Roughened Surafces. En “Titanium in Medicine: material science, surface science, engineering, biological responses and medical applications”; eds. Brunette DM, Tengvall P, Textor M, Thomsen P. Springer Verlag, Berlin (2001), p. 875-885.
- [BVT00] Baleani M, Viceconti M, Toni A. The effect of sandblasting treatment on endurance properties of titanium alloy hip prostheses. *Artif Organs* 24 (2000) 296-299.
- [CBL97] Carr AB, Beals DW, Larsen PE. Reverse-torque failure of screw-shaped implants in baboons after 6 months of healing. *Int J Oral Maxillofac Implants* 12 (1997) 598-603.
- [CGB90] Chehroudi B, Gould TRL, Brunette DM. Titanium-coated micromachined grooves of different dimensions affect epithelial and connective tissue cells differently *in vivo*. *J Biomed Mater Res* 24 (1990) 1203-1219.
- [CGV05] Citeau A, Guzheux J, Vinatier C, Layrolle P, Nguyen TP, Pilet P, Daculsi G. *In vitro* biological effects of titanium rough surface obtained by calcium phosphate grid blasting. *Biomaterials* 26 (2005) 157-165.
- [CML98] Chauvy PF, Madore C, Landolt D. Variable length scale analysis of surface topography: characterization of titanium surfaces for biomedical applications. *Surf Coatings Tech* 110 (1998) 48-56.
- [CMW99] Cooper LF, Masuda T, Ehitson SW, Yliheikkilä P, Felton DA. Formation of mineralising osteoblasts cultures on machined, titanium oxide grit-blasted, and plasma-sprayed titanium surfaces. *Int J Oral Maxillofac Implants* 14 (1999) 37-47.
- [CMY95] Chermekoff RA, Mocarski S, Yeager DA. Increased fatigue strength of powder forged connecting rods by optimised shot peening. *Powder Metal* 38 (1995) 196-200.
- [CRA88] Carlsson L, Röstlund T, Albrektsson B, Albrektsson T. Removal torques for polished and rough titanium implants. *Int J Oral Maxillofac Implants* 3 (1988) 21-24.
- [CSL98] Cohran DL, Schenk RK, Lussi A, Higginbottom FL, Buser D. Bone response to unloaded and loaded titanium implants with a sandblasted and acid-etched surface: a histometric study in the canine mandible. *J Biomed Mater Res* 40 (1998) 1-11.
- [CSW94] Cohran DL, Simpson J, Weber HP, Buser D. Attachment and growth of periodontal cells on smooth and rough titanium. *Int J Oral Maxillofac Implants* 9 (1994) 289-297.
- [DAG86] Dagnall H. “Exploring surface texture”. Rank Taylor Hobson Limited, Leicester (1986).
- [DAN93] Danilatos GD. Introduction to the ESEM instrument. *Microsc Res Techniq* 25 (1993) 529-534.
- [DIN 4775] Prüfen der Rauheit von Werkstückoberflächen. Sicht und Tastvergleich, Tatschnittverfahren, Alleinverkauf der Normen durch Beuth Verlag GmbH (1990).
- [DSL95] Darvell BW, Samman N, Luk WK, Clark RK, Tideman H. Contamination of titanium castings by aluminium oxide blasting. *J Dent* 23 (1995) 319-322.

- [EJB94] Ericsson I, Johansson DB, Bystedt H, Norton MR. A histomorphometric evaluation of bone-to-implant contact on machine prepared and roughened titanium dental implants. *Clin Oral Implants Res* 5 (1994) 202-206.
- [FEPA 42-F-84] Norme FEPA (Fédération Européenne des Fabricants de Produits Abrasifs) des grains de corindon électrofondu et de carbure de silicium pour abrasifs agglomérés (1984).
- [FOG78] Fontana MG, Green ND. "Corrosion Engineering: McGraw Hill series in materials science and engineering" McGraw Hill, USA (1978).
- [FRE72] Freeman JW. Tissue response to varying surface finishes of titanium implants. *South Carol Dental J* (1972) 10-13.
- [GIF90] Gillespie B, Fowler DB. Evaluation of Size and Shape of Shot peening Media by Image Analysis. Informe interno de Premier Shot Co., Cleveland (1990).
- [GMF90] Gross U, Müller-Mai CH, Fritz TH, Voigt CH, Knarse W, Schmitz HG. Implant surface roughness and mode of load transmission influence in periimplant bone structure. *Clin Implant Mater* 9(1990) 303-309.
- [GNH92] Gotfredsen K, Nimb L, Hjørtting-Hansen E, Jensen JS, Holmén A. Histomorphometric and removal torque analysis for TiO<sub>2</sub>-blasted titanium implants. *Clin Oral Implants Res* 3 (1992) 77-84.
- [GRO97] Grover HJ. Factors by which shot peening influences the fatigue strength of parts. *The Shot Peener* 12 (1997) 5-9.
- [GRS85] Gross U, Strunz V. The interface of various glasses and glass ceramics with a bony implantation bed. *J Biomed Mater Res* 19 (1985) 251-271.
- [GVR96] Gil FJ, Valdesoiro E, Rodríguez D, Planell JA. Influencia del tamaño de grano y del tratamiento térmico en las propiedades mecánicas del titanio comercialmente puro. *Revista Deformación Plástica* 231 (1996) 53-59.
- [GWJ95] Gotfredsen K, Wennerberg A, Johansson C, Skovgaard LT, Hjørtting-Hansen E. Anchorage of TiO<sub>2</sub>-blasted, HA-coated, and machined implants: An experimental study with rabbits. *J Biomed Mater Res* 29 (1995) 1223-1231.
- [HBS91] Hale TM, Boretzky BB, Scheidt MJ, McQuade MJ, Strong SL, van Dyke TE. Evaluation of titanium dental implant osseointegration in posterior edentulous areas of micro swine. *J Oral Implantol* 17 (1991) 118-124.
- [HBT99] Hacking SA, Bobyn JD, Tanzer M, Krigier JJ. The osseous response to corundum blasted implant surfaces in a canine hip model. *Clin Orthop* 364 (1999) 240-253.
- [ICP87] Inoue T, Cox JE, Pilliar RM, Melcher AH. Effect of the surface geometry of smooth and porous-coated titanium alloy on the orientation of fibroblast *in vitro*. *J Biomed Mater Res* 16 (1987) 107-126.
- [ILB84] Ingel RP, Lewis D, Bender BA, Rice RW. Physical, microstructural and thermomechanical properties of ZrO<sub>2</sub> single crystals. *Adv Ceram* 12 (1984) 408-414.
- [IMN97] Ishikawa K, Miyamoto Y, Nagayama M, Asaoka K. Blast coating method: new method of coating titanium surface with hydroxyapatite at room temperature. *J Biomed Mater Res (Appl Biomater)* 38 (1997) 129-134.

- [ISO 11562:1996] Geometrical Product Specifications (GPS). Surface texture: Profile method. Metrological characteristics of phase correct filters (1996).
- [ISO 4287:1997] Geometrical Product Specifications (GPS). Surface texture: Profile method. Terms, definitions and surface texture parameters (1997). Corrected in 1998.
- [ISO 4288:1996] Geometrical Product Specifications (GPS). Surface texture: Profile method. Rules and procedures for the assessment of surface texture (1996).
- [JAW88] Jauffret J, Westgate A. Discussion and review of fused ceramic bead performance for surface impact treatment. Informe interno de SEPR, Le Pontet (1988).
- [JON01] Jones FH. Teeth and bones: applications of surface science to dental materials and related biomaterials. *Surf Sci Reports* 42 (2001) 75-205.
- [KHK92] Könönen M, Hormia M, Kivilahti J, Hautaniemi J, Thesleff I. Effect of surface processing on the attachment, orientation, and proliferation of human gingival fibroblasts on titanium. *J Biomed Mater Res* 26 (1992) 1325-1341.
- [KMM98] Kobayashi M, Matsui T, Murakami Y. Mechanism of creation of compressive residual stress by shot peening. *Int J Fatigue* 20 (1998) 351-357.
- [KNA97] Kokkevoeld PR, Nishimura RD, Adachi M, Caputo A. Osseointegration enhanced by chemical etching of the titanium surface. A torque removal study in the rabbit. *Clin Oral Implants Res* 8 (1997) 442-447.
- [KSW94] Keller JC, Stanford CM, Wightman JP, Draughn RA, Zaharias R. Characterization of titanium implant surfaces. III. *J Biomed Mater Res* (1994) 28:939-946.
- [KVV94] Kangasniemi IMO, Verheyen CCPM, van der Velde EA, de Groot K. *In vivo* tensile testing of fluorapatite and hydroxyapatite plasma-sprayed coatings. *J Biomed Mater Res* 28 (1994) 563-572.
- [LAU01] Lausmaa J. Mechanical, Thermal, Chemical and Electrochemical Surface Treatment of Titanium. En "Titanium in Medicine: material science, surface science, engineering, biological responses and medical applications"; eds. Brunette DM, Tengvall P, Textor M, Thomsen P. Springer Verlag, Berlin (2001), p. 231-266.
- [LOA01] Lim YJ, Oshida Y, Andrés CJ, Barco MT. Surface Characterizations of Various Treated Titanium Materials. *Int J Oral Maxillofac Implants* 16 (2001) 333-342.
- [LTL94] Larsson C, Thomsen P, Lausmaa J, Rodahl M, Kasemo B, Ericson LE. Bone response to surface modified titanium implants: studies on electropolished implants with different oxide thicknesses and morphology. *Biomaterials* 15 (1994) 1062-1074.
- [LWW95] Leliaert RM, Weightman N, Woelfel MM. Abrasive Blast Cleaning. En "Metals Handbook, Vol 5: Surface Engineering", ed. Wood WG. American Society for Materials, Metals Park, OH (1995) 83-96.
- [MAD84] Makosh G, Drollinger B. Surface profile measurement with a scanning differential interferometer. *Appl Opt* 23 (1984) 4544-4553.
- [MAR96] Martínez MA. Mejora del comportamiento mecánico del titanio c. p. de grado III para su aplicación en implantología oral. Proyecto final de carrera, Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona (1996).



- [MAT97] Mattson L. Surface roughness and microtopography. En “Surface Characterization: A User’s Sourcebook”; ed. Brune D, Hellborg R, Whitlow HJ, Hunderi O. Wiley-VCH. Weinheim-New York-Chichester- Brisbane-singapore-Toronto (1997) 82-100.
- [MKK01] Mikli V, Käerdi H, Kulu P, Besterci M. Characterization of powder particle morphology. Proc Estonian Acad Sci Eng 7 (2001) 22-34.
- [MKW95] Mehelich CS, van Kiuken L, Woelfel MM. Shot peening. En “Metals Handbook, Vol 5: Surface Engineering”, ed. Wood WG. American Society for Materials, Maetals Park, OH (1995) 138-149.
- [MSC82] Mussler B, Swain MV, Claussen N. Dependence of fracture toughness on grain size and test technique. J Amer Ceram Soc 65 (1982) 566-572.
- [MSH95] Martin JY, Schwartz Z, Hummert TW, Schraub DM, Simpson J, Lankford JJr, Dean DD, Cochran DL, Boyan BD. Effect of titanium surface roughness on proliferation, differentiation, and protein synthesis of human osteoblast-like cells (MG63). J Biomed Mater Res 29 (1995) 339-401.
- [MUI02] Mano T, Ueyama Y, Ishikawa K, Mtsamura T, Suzuki K. Inicial tissue response to a titanium implant coated with apatite at room temperatura using coating method. Biomaterials 23 (2002) 1931-1936.
- [MUM90] Mummery L. “Surface Texture Analysis. The Handbook”. Hommelwerke GmbH, Mühlhausen (1990).
- [NAH91] Naji A, Harmand MF. Cytocompatibility of two coating materials, amorphous alumina and silicon carbide, using human differentiated cell cultures. Biomaterials 12 (1991) 690-694.
- [NF L 06.824] Norme Française: **Aéronautique et espace - Produits de projetage - Billes de céramique (1988).**
- [NMK94] Niederauer GG, Mc Gee TD, Keller JC, Zaharias RS. Attachment of epithelial cells and fibroblasts to ceramic materials. Biomaterials 15 (1994) 342-352.
- [NUS88] Nussbaum GCh. “Rebolos e abrasivos. Tecnologia básica. Tomo I”. Icone Editora Ltda., São Paulo (1988).
- [OAS00] Orsini G, Assenza B, Scarano A, Piatelli M, Piatelli A. Surface analysis of machined versus sandblasted and acid-etched titanium implants. Int J Oral Maxillof Implants 15 (2000) 779-784.
- [OPR96] Ong JL, Prince CW, Raikar GN, Lucas LC. Effect of surface topography of titanium on surface chemistry and cellular response. Implant Dent 5 (1996) 83-88.
- [ORP94] Olhsson R, Rosén B-G, Pulkkinen T, Jonasson M. Practical considerations when measuring 3D surface roughness. Zagagnienia Eksploataacji Maszyn 3-4 (1994) 419-429.
- [PAS72] Predecki P, Auslaender BA, Stephan JE, Mooney VL, Stanitski C. Attachment of bone to threaded implants by ingrowth and mechanical interlocking. J Biomed Mater Res 6 (1972) 401-412.
- [PBT97] Pebé P, Barbot R, Trinidad J, Pesquera A, Lucente J, Nishimura R, Nasr H. Counter-torque testing and hystomorphometric analysis of various implant surfaces in canines: a pilot study. Implant Dentistry 6 (1997) 259-265.
- [PMW00] Placko HE, Mishra S, Weimer JJ, Lucas LC. Surface Characterization of Titanium-Based Implant Materials. Int J Oral Maxillofac Implants 15 (2000) 355-363.

- [POU84] Pourbaix M. Electrochemical corrosion of metallic biomaterials. *Biomaterials* 5 (1984) 122-134.
- [PPE97] Pypen CMJM, Plenck H Jr, Ebel MF, Svagera R, Wernisch J. Characterization of microblasted and reactive ion etched surfaces on the commercially pure metals, niobium, tantalum and titanium. *J Mater Sci: Mater Med* 8 (1997) 781-784.
- [PSA72] Predecki P, Stephan JE, Auslaender A. Kinetics of bone growth into cylindrical channels in aluminium oxide and titanium. *J Biomed Mater Res* 6 (1972) 375-400.
- [PW-EIS] <http://www.eisenwerk-wuerth.com/>
- [PW-MAG] <http://www.magnusmedia.com/>
- [PW-MPA] <http://www.mpa.es/>
- [PW-NAV] <http://www.navarrosic.com/>
- [PW-PUM] <http://www.pumex.co.uk/>
- [PW-SEP] <http://www.zirpro.com/zirblast.htm>
- [PW-TRE] <http://www.treibacher-schleifm.com/index1a.html>
- [RBH97] Rominu M, Bratu D, Hurst J. Aluminablasting of human tooth enamel. *J Mater Sci: Mater Med* 8 (1997) 637-640.
- [RBS99] von Recum AF, Brown CE, Shannon CE, LaBerge M. Surface Topography. En “Handbook of Biomaterials Evaluation. Scientific, Technical, and Clinical Testing of Implant Materials”; ed. von Recum AF. Taylor and Francis, Ann Arbor, MI (1999) 227-240.
- [REC90] von Recum AF. New aspects of biocompatibility: Motion at the interface. En “Clinical Implant Materials”; ed. Heimke G, Soltesz U, Lee AJC. Elsevier, Amsterdam (1990).
- [REC91] von Recum AF. Effects of implant surface microtexture on histological tissue response. En “The prosthetic substitution of blood vessels: Actual state and future development”; ed. Kogel HG. Quintessence, Munich (1991).
- [ROE02] Ronold HJ, Ellingsen JE. Effect of micro-roughness produced by TiO<sub>2</sub> blasting-tensile testing of bone attachment by using coin-shaped implants. *Biomaterials* 23 (2002) 4211-4219.
- [ROW93] von Recum AF, Opitz H, Wu E. Collagen types I and III at the implant/tissue interface. *J Biomed Mater Res* 27 (1993) 757-761.
- [SCR92] Schmidt JA, von Recum AF. Surface characterization of microtextured silicone. *Biomaterials* 13 (1992) 675-681.
- [SSK90] Schmitz H-J, Strunz V, Kinne R, Fuhrmann G, Gross U. Surface structure and bone adhesion: Histological and biomechanical studies. En “Handbook of Bioactive Ceramics. Bioactive Glasses and Glass Ceramics”; ed. Yamamuro T, Hench LJ, Wilson J. CRC Press, Boston (1990) 303-309.
- [STO94] Stout KJ. “Three-Dimensional Surface Topography: Measurement, Interpretation, and Applications. A Survey and Bibliography”. Penton Press, London-Bristol-Pennsylvania (1994).
- [SWA72] Swanson GD. Fracture energies of ceramics. *J Amer Ceram Soc* 55 (1972) 48-49.
- [THO82] Thomas TR. “Rough Surafces”. Longman Press, London-New York (1982).
- [TJF97] Tadorelli 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. (I) Surface characterization. *Clin Oral Implants Res* 8 (1997) 208-216.

[UNR94] Ungersbock A, Rahn B. Methods to characterize the surface roughness of metallic implants. *J Mater Sci: Mater Med* 5 (1994) 434-440.

[USS00a] Udupa G, Singaperumal M, Sirohi RS, Kothiyal MP. Characterization of surface topography by confocal microscopy: I. Principles and the measurement system. *Meas Sci Technol* 2000; 11 (2000) 305-314.

[USS00b] Udupa G, Singaperumal M, Sirohi RS, Kothiyal MP. Characterization of surface topography by confocal microscopy: II. The micro and macro surface irregularities. *Meas Sci Technol* 11 (2000) 315-329.

[VIS93] Visscher K. Optical micromanipulation and confocal microscopy. PhD Thesis, University of Amsterdam, Amsterdam (1993).

[VWR01] Vörös J, Wieland M, Ruiz-Taylor L, Textor M, Brunette DM. Characterization of Titanium Surfaces. En "Titanium in Medicine: material science, surface science, engineering, biological responses and medical applications"; eds. Brunette DM, Tengvall P, Textor M, Thomsen P. Springer Verlag, Berlin (2001), p. 87-144.

[WAA95a] Wenneberg A, Albrektsson T, Andersson B. An animal study of C.P. titanium screws with different surface topographies. *J Mater Science: Mater Med* 6 (1995) 302-309.

[WAA95b] Wennerberg A, Albrektsson T, Andersson B, Krol JJ. A histomorphometric and removal torque study of screw-shaped titanium implants with three different surface topographies. *Clin Oral Implants Res* 6 (1995) 24-30.

[WAJ96] Wenneberg A, Albrektsson T, Johansson C, Andersson B. Experimental study of turned and grit-shaped implants with special emphasis on effects of blasting material and surface topography. *Biomaterials* 17 (1996) 15-22.

[WAL96] Wenneberg A, Albrektsson T, Lausmaa J. Torque and histomorphometric evaluation of c. p. Titanium screws blasted with 25- and 75- $\mu\text{m}$ -sized particles of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . *J Biomed Mater Res* 30 (1996) 251-260.

[WAU92] Wennerberg A, Albrektsson T, Ulrich H, Krol J. An optical three-dimensional technique for topographical descriptions of surgical implants. *J Biomed Eng* 14 (1992) 144-153.

[WCS90] Wilke H-J, Claes L, Steinemann S. The influence of various titanium surfaces on the interface shear strength between implants and bone. *Clin Implant Mater* 9 (1990) 309-315.

[WEA97] Wenneberg A, Ektebassi A, Albrektsson T, Johansson C, Andersson B. A 1-year follow-up of implants of differing surface roughness placed in rabbit bone. *Int J Oral Maxillofac Implants* 12 (1997) 486-494.

[WEN96] Wennerberg A. On Surface Roughness and Implant Incorporation. PhD Thesis, University of Göteborg, Göteborg (1996).

[WES95] Wong M, Eulenberger R, Schenk R, Hunziker E. Effect of surface topology on the osseointegration of implant materials in trabecular bone. *J Biomed Mater Res* 29 (1995) 1567-1575.

- [WHH00] Wieland M, Hänggi P, Hotz W, Textor M, Keller BA, Spencer ND. Wavelength-dependent measurement and evaluation of surface topographies: application of a new concept of window roughness and surface transfer function. *Wear* 237 (2000) 231-252.
- [WHI94] Whitehouse DJ. "Handbook of Surface Metrology". Institute of Physics Publishing, Bristol-Pennsylvania (1992).
- [WHJ98] Wenneberg A, Hallgren C, Johansson CB, Danelli S. A histomorphometrical evaluation of screw-shaped implants each prepared with two surface roughnesses. *Clin Oral Implants Res* 9 (1998) 11-19.
- [WIE94] Wiesendanger R. "Scanning probe microscopy and spectroscopy. Methods and applications". University Press, Cambridge (1994).
- [WIE99] Wieland M. Experimental Determination and Quantitative Evaluation of the Surface Composition and Topography of Medical Implant Surfaces and Their Influence on Osteoblastic Cell-Surface Interactions. PhD Thesis, Swiss Federal Institute of Technology (ETH), Zürich (1999).
- [WIN93] Windecker R. Optical autofocussing profilometer. *Technisches-Messen* 60 (1993) 267-270.
- [WPW99] Walker GS, Pyke DR, Werrett E, Williams E, Bhattacharya AK. Surface reactivity of aluminas by different techniques. *Appl Surf Sci* 147 (1999) 228-234.
- [WRT92] Wehbi D, Roques-Carnes C, Tricot C. The perturbation dimension for describing rough surfaces. *Int J Mach Tools Manufact* 32 (1992) 211-216.
- [WSB00] Wieland M, Sittig C, Brunette DM, Textor M, Spencer ND. Measurement and evaluation of the chemical composition and topography of titanium implant surfaces. En "Bone engineering"; ed. Davies JE. em squared inc, Toronto (2000) 163-182.
- [WSW99] Whitehead SA, Shearer AC, Watts DC, Wilson NHF. Comparison of two methods for measuring surface textures. *Dental Mat* 15 (1999) 79-86.
- [WTS01] Wieland M, Textor M, Spencer ND, Brunette DM. Wavelength-dependent roughness: A quantitative approach to characterizing the topography of rough titanium surfaces. *Int J Oral Maxillofac Implants* 16 (2001) 163-181.