

# Caracterización físico-química de la superficie de 9 implantes dentales con 3 distintos tratamientos de superficie

Daniel Rodríguez Rius <sup>(1)</sup>, F. Javier García Saban <sup>(2)</sup>

(1) Dr. Ingeniero Industrial. Responsable del Departamento Científico, Impladent S.L.

(2) Médico Odontólogo. Director del Departamento Científico, Impladent S.L.

Correspondencia:

Daniel Rodríguez

Departamento Científico, Impladent S.L.

Polígono Industrial Mas d'en Cisa; c/ Gato Pérez, 3-9

08181 - Sentmenat (Barcelona)

Tel 902 20 14 13 / Fax 902 259 260

e-mail: [impladent@defcon.es](mailto:impladent@defcon.es)

Recibido: 12/05/2003 Aceptado: 15/10/2003

## Indexed in:

-Index Medicus / MEDLINE / PubMed  
-EMBASE, Excerpta Medica  
-Indice Médico Español  
-IBECS

Rodríguez-Rius D, García-Saban F.J. Caracterización físico-química de la superficie de 9 implantes dentales con 3 distintos tratamientos de superficie. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 2005;10:58-65.

© Medicina Oral S. L. C.I.F. B 96689336 - ISSN 1137 - 2834

## RESUMEN

Existen diversos tratamientos de superficie aplicados a los implantes dentales. El objetivo del presente estudio es comparar las características físico-químicas de la superficie de implantes dentales de titanio sometidos a diversos tratamientos de superficie. 9 implantes dentales procedentes del mismo lote de fabricación fueron separados en 3 grupos y sometidos a 3 tipos de tratamiento de superficie diferentes: mecanizado, grabado ácido y un ataque químico denominado Avantblast®. Las superficies obtenidas fueron observadas mediante microscopía electrónica de barrido y microscopía confocal, y caracterizadas químicamente mediante energía dispersiva de rayos X y espectrometría de fotoelectrones.

### Resultados

Las superficies grabadas al ácido y las tratadas con ataque químico fueron más rugosas que las mecanizadas. La composición química superficial fue diferente entre procesos, en la superficie con el tratamiento de ataque químico existieron menos impurezas y un mayor espesor de la capa de óxido de titanio.

### Conclusiones

La rugosidad superficial de los implantes dentales de titanio y el espesor de la capa de óxido de titanio se pueden incrementar mediante un adecuado tratamiento superficial de ataque químico.

**Palabras clave:** *Implantes dentales, tratamiento de superficie, rugosidad, óxido de titanio*

## INTRODUCCION

En los últimos años han aparecido diversos tratamientos de superficie aplicados a implantes dentales para aumentar la rugosidad superficial del implante, como *TiOblast*®(1), *SLA*®(2), *Osseotite*®(3) o *TiUnite*®(4), entre otros. La aplicación de tratamientos superficiales para obtener aumento de la rugosidad superficial de los implantes dentales (5-8), demuestran que

la osteointegración del implante a corto y medio plazo se ve favorecida por una superficie de rugosidad micrométrica. Esta mejoría parece estar ligada, según diversos estudios experimentales (8-11), a la existencia en la superficie del implante de microrrugosidades favorecedoras de la adhesión celular, dando lugar a una mayor diferenciación celular y a una mayor expresión de los osteoblastos. Este efecto tiene como consecuencia una rápida regeneración y una mejor calidad del tejido óseo.

Otras modificaciones de la superficie surgidas en los últimos años están enfocadas a obtener un aumento del espesor y de la cristalinidad de la capa superficial de óxido de titanio, ya que algunos estudios sugieren una relación entre el incremento del espesor y/o cristalinidad de la capa de óxido y mayor adsorción de proteínas a la superficie (12, 13), mayor diferenciación y crecimiento de los osteoblastos (14, 15) y mayor osteointegración de implantes tratados (16, 17).

Se ha desarrollado un nuevo tratamiento de superficie, Avantblast® (Impladent, Sentmenat, España), que une las mejoras en la respuesta osteoblástica obtenidas con un incremento de la rugosidad con las obtenidas con un mayor espesor y cristalinidad de la capa superficial de óxido de titanio. El incremento de rugosidad se consigue mediante homogeneización previa de tensiones superficiales y un ataque químico de la superficie, mientras que el incremento de espesor y de la cristalinidad de la capa de óxido de titanio se logra mediante tratamiento térmico (14, 18, 19). En este artículo se estudia la superficie de implantes dentales mecanizados sin tratar, con grabado ácido y con el nuevo tratamiento Avantblast®. Se ha examinado la morfología, la composición química superficial y la rugosidad creada por los diferentes tratamientos, así como el espesor de la capa de óxido de titanio.

## MATERIALES Y METODOS

El estudio se realizó sobre 9 implantes modelo Defcon™ TSA®

(Impladent, Sentmenat, España), mecanizados en titanio grado 2. Tras un lavado posterior se prepararon 3 lotes de 3 implantes. El primer lote de 3 implantes (denominado “mecanizado”) no recibió ningún tratamiento superficial. El segundo lote (denominado “grabado”) fue sometido a grabado ácido, consistente en un ataque químico de la superficie del titanio con una disolución de ácido fluorhídrico, seguido de pasivado con una disolución de ácido fluorhídrico y nítrico según el estándar ASTM (*American Standard for Testing of Materials*) F86. El tercer lote (denominado “Avantblast”) fue sometido a un tratamiento superficial en dos fases. En la primera fase, tras un proceso de homogeneización de tensiones, se aplicó un ataque químico a la superficie del implante con una disolución de ácido sulfúrico y fluorhídrico a elevada temperatura. En la segunda fase, se procedió a someter el implante a un tratamiento térmico en horno.

Las muestras fueron introducidas en envases estancos y se irradiaron para su esterilización con una dosis mínima de rayos gamma de 25kGy, procedentes de una fuente de cobalto-60 (Aragogamma S.A., Granollers, España). Después las muestras fueron analizadas en la zona del implante diseñada para entrar en contacto con el hueso sin ningún otro tipo de preparación.

El acabado superficial de los tratamientos fue estudiado con un microscopio electrónico de barrido Jeol JSM-840 (Serveis Científic-Tècnics, Universitat de Barcelona). El potencial del cañón de electrones fue fijado a 15kV, con magnificación de 14 a 10.000 aumentos.

La composición química superficial fue estudiada con dos técnicas complementarias en una zona fresada plana del extremo apical (un implante por lote). Se analizó la composición química superficial mediante la técnica de energía dispersiva de rayos X (EDS) con un equipo EDS Link-Inca conectado a un microscopio electrónico de barrido Leica Electroscan 360 (Serveis Científic-Tècnics, Universitat de Barcelona). Paralelamente, también se analizó mediante espectrometría de fotoelectrones (XPS) con un equipo Physical Electronics 5500 (Serveis Científic-Tècnics, Universitat de Barcelona). Esta técnica permite determinar la composición química superficial de una muestra en un espesor nanométrico. El equipo trabajó con una fuente de emisión con monocromador de rayos X en la banda  $K\alpha$  del aluminio, en un vacío ultra-alto de  $0,6 \cdot 10^{-6}$  Pa. El ángulo de detección fue de  $90^\circ$ . La calibración del espectrómetro se realizó con el pico  $Ag3d5/2$  (367,8eV) y con 0,44eV de amplitud a media altura del pico con la fuente de aluminio como fuente de excitación. Se utilizó un cañón de iones de argón para el decapado de la muestra dentro de la cámara y la medida del espesor de la capa de óxido de titanio, con una velocidad promedio de decapado de 6nm/min. La rugosidad se midió, tanto en superficie como sobre una línea o perfil, en tres zonas de la rosca y en la zona fresada plana del extremo apical (un implante por lote) con un equipo Sensofar® PL $\mu$  de microscopía confocal con luz blanca (Sensofar, Terrassa, España). Este equipo consiste en un microscopio Nikon L150 con objetivo SLWD20x y un programa de reconstrucción y análisis. Este equipo consigue una reproducibilidad vertical inferior a 20nm y una resolución lateral de 0,91 $\mu$ m.

En cada zona se recogió, como parámetros de rugosidad en área, la rugosidad media ( $S_a$ ), la media de la raíz cuadrática de la rugosidad ( $S_q$ ), la altura máxima ( $S_p$ ), el volumen vacío por

unidad de superficie ( $S_v$ ) y la máxima distancia pico-valle ( $S_z$ ). En perfil, tras aplicar un filtro gaussiano y un *cut-off* de 800  $\mu$ m a los perfiles medidos según el estándar DIN 4768, se recogió la rugosidad media ( $R_a$ ), la media de la raíz cuadrática de la rugosidad ( $R_q$ ), la altura máxima ( $R_p$ ), la profundidad máxima ( $R_v$ ), la máxima distancia pico-valle ( $R_z$ ) y el espaciado medio de los picos ( $S_m$ ). Se aplicó un análisis de variancia (ANOVA) y el comparativo posthoc de Tukey al parámetro  $S_a$  para estudiar las variaciones entre lotes.

## RESULTADOS

El análisis de los tres lotes de implantes mostró la existencia de diferencias sustanciales en las propiedades superficiales tras la aplicación de los tratamientos.

La figura 1 presenta las imágenes de las diferentes superficies estudiadas. A bajos aumentos, todos los implantes presentaron una geometría homogénea y definida. Sin embargo, a 2.000 aumentos se hicieron evidentes importantes diferencias en la topografía. Los implantes del lote “mecanizado” mostraron una superficie con marcas del mecanizado de la superficie en forma de valles paralelos (figura 1a). Los implantes del lote “grabado”, con mayor rugosidad, presentaron un acabado superficial en forma de bloques, debido al ataque preferencial del ácido fluorhídrico (figura 1b), mientras que en el lote “Avantblast” se observó una rugosidad en forma de concavidades con bordes externos agudos y una porosidad acentuada distribuida de forma homogénea, debida a la acción del reactivo (figura 1c).

Las mediciones de la composición química en superficie mediante EDS no permitieron discriminar los tratamientos analizados, ya que en los tres lotes detectó únicamente la presencia de titanio y de oxígeno. Por el contrario, el análisis con XPS permitió detectar diferencias entre los tres tratamientos (tabla 1). Los resultados muestra una menor presencia de carbono y otras impurezas en el lote “Avantblast” respecto a otros tratamientos superficiales de implantes (20, 21).

La determinación del espesor de la capa de óxido de titanio mostró que los implantes del lote “Avantblast” tienen una capa que triplica el espesor obtenido con los otros tratamientos de superficie (tabla 1).

Los parámetros de rugosidad de los implantes se muestran en las tablas 2 y 3 (media y desviación tipo de las cuatro medidas tomadas por lote). Los lotes “grabado” y “Avantblast” mostraron unos valores de rugosidad estadísticamente mayores (p-valor: 0,000) respecto al lote “mecanizado”. En este lote, la reducida rugosidad existente se debe a las ondulaciones producidas por el paso de la herramienta de mecanizado (figura 2a).

En el implante del lote “grabado”, el ataque químico incrementa la rugosidad hasta valores superiores al micrómetro (figura 2b). Un componente importante de la rugosidad de la superficie con grabado ácido son picos y valles de valores destacados (caracterizados por los elevados valores de los parámetros  $S_p$  y  $R_p$ ), que incrementan de forma notable el valor medio de rugosidad.

El implante del lote “Avantblast” (figura 2c) presentó valores de rugosidad estadísticamente superiores a la superficie mecanizada y al grabado ácido según el estadístico comparativo de Tukey (p-valor < 0,05). La rugosidad se debe al ataque químico, si

	C [at%]	O [at%]	Si [at%]	N [at%]	Ti [at%]	Ca [at%]	Na [at%]	Cl [at%]	Espesor capa óxido Oxide thickness [nm][nm]
Superficie: Surface:									
Mecanizada Machined	36,9	39,7	1,7	1,1	20,1	0,2	-	-	< 5
Grabado ácido Acid etched	37,0	45,0	2,5	1,1	12,5	1,2	-	0,4	5,1
Avantblast	9,4	58,5	-	1,0	31,1	-	-	-	15-30
Implante mecanizado <sup>20</sup> Machined implant <sup>20</sup>	29,8	51,9	-	-	12,8	-	5,0	0,5	5,7
Superficie con plasma de titanio <sup>20</sup> Surface with titanium plasma <sup>20</sup>	38,9	45,5	-	1,4	14,2	-	trazas traces	-	5,5
Granallado y grabado al ácido <sup>21</sup> Blasted and acid etched <sup>21</sup>	34,9	51,4	trazas	1,3	14,5	-	-	-	5,7
Doble grabado ácido <sup>21</sup> Dual acid etched <sup>21</sup>	53,7	36,2	3,3	5,4	6,8	-	trazas traces	trazas traces	no disponible not available

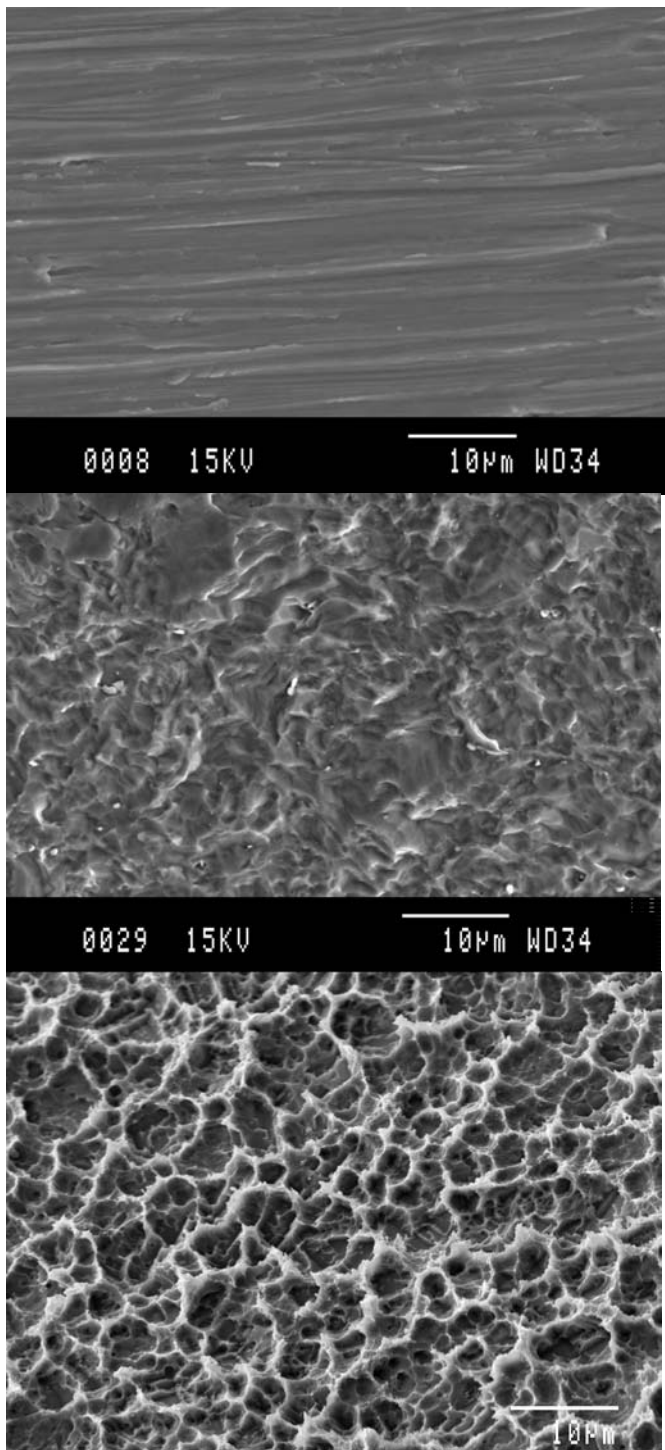
**Tabla 1.** Resultados del análisis químico mediante XPS en porcentaje atómico [at%].  
C: carbono; O: oxígeno; Si: silicio; N: nitrógeno; Ti: titanio; Ca: calcio; Na: sodio; Cl: cloro  
XPS chemical analysis results [at%].  
C: carbon; O: oxygen; Si: silicon; N: nitrogen; Ti: titanium; Ca: calcium; Na: sodium; Cl: chlorine

	S <sub>a</sub> [μm]	S <sub>q</sub> [μm]	S <sub>p</sub> [μm]	S <sub>v</sub> [μm]	S <sub>t</sub> [μm]
Mecanizada Machined	0,37 ± 0,03	0,45 ± 0,04	1,48 ± 0,07	-1,50 ± 0,07	2,98 ± 0,11
Grabado ácido Acid etched	1,06 ± 0,05	1,55 ± 0,10	19,65 ± 3,28	-15,00 ± 3,19	34,64 ± 5,01
Avantblast	1,23 ± 0,11	1,42 ± 0,22	7,44 ± 0,94	-6,68 ± 0,55	18,62 ± 9,71

**Tabla 2.** Parámetros de rugosidad en superficie (media ± desviación estándar).  
S<sub>a</sub>: rugosidad media  
S<sub>q</sub>: media de la raíz cuadrática de la rugosidad  
S<sub>p</sub>: altura máxima  
S<sub>v</sub>: volumen vacío por unidad de superficie  
S<sub>t</sub>: máxima distancia pico-valle  
Surface roughness parameters (mean ± standard deviation). Sa: mean roughness  
Sq: root mean square roughness  
Sp: maximum peak  
Sv: surface void volume  
St: maximum peak-valley distance

	R <sub>a</sub> [μm]	R <sub>q</sub> [μm]	R <sub>p</sub> [μm]	R <sub>v</sub> [μm]	R <sub>t</sub> [μm]	S <sub>m</sub> [μm]
Mecanizada Machined	0,40 ± 0,04	0,47 ± 0,05	1,25 ± 0,10	-1,08 ± 0,12	2,33 ± 0,14	16,67 ± 3,32
Grabado ácido Acid etched	0,92 ± 0,05	1,29 ± 0,09	6,29 ± 1,42	-3,92 ± 2,79	10,21 ± 2,11	7,11 ± 2,35
Avantblast	1,15 ± 0,09	1,45 ± 0,19	6,06 ± 0,79	-7,35 ± 0,84	13,13 ± 1,10	6,01 ± 1,10

**Tabla 3.** Parámetros de rugosidad en perfil (media ± desviación estándar).  
R<sub>a</sub>: rugosidad media  
R<sub>q</sub>: media de la raíz cuadrática de la rugosidad  
R<sub>p</sub>: altura máxima  
R<sub>v</sub>: profundidad máxima  
R<sub>t</sub>: máxima distancia pico-valle  
S<sub>m</sub>: espaciado medio de los picos  
Profile roughness parameters (mean ± standard deviation).  
Ra: average roughness  
Rq: root mean square roughness  
Rp: maximum profile peak height  
Rv: maximum profile valley depth  
Rt: maximum height of the profile  
Sm: mean spacing of profile peaks

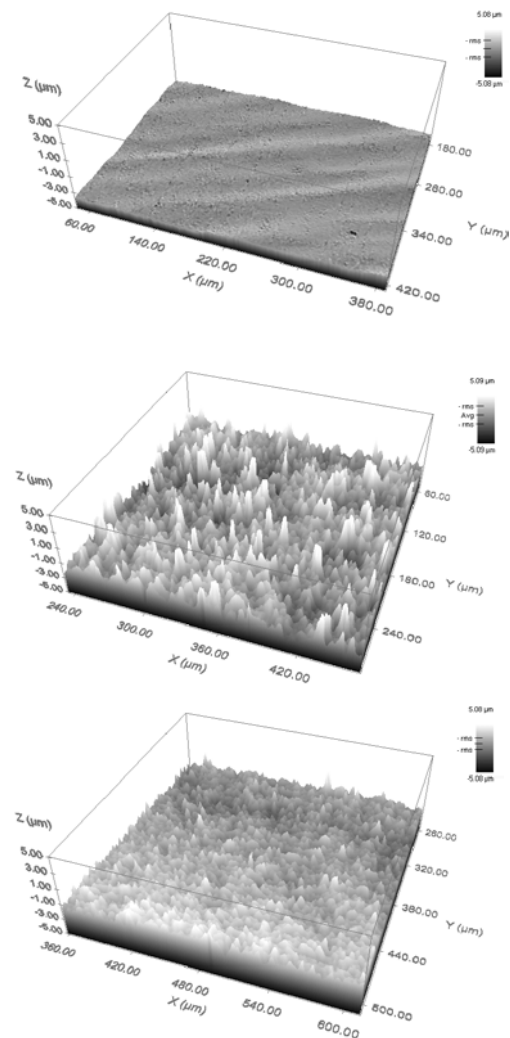


**Fig. 1.** Imágenes de las superficies:

- 1a) mecanizada
- 1b) grabado ácido
- 1c) Avantblast.

*Micrographs of the surfaces:*

- 1a) machined
- 1b) acid etched
- 1c) Avantblast.



**Fig. 2.** Imagen topográfica mediante microscopía confocal de las superficies:

- 2a) mecanizada
- 2b) grabado ácido
- 2c) Avantblast

*Topographic images of the surfaces by confocal microscopy:*

- 2a) machined
- 2b) acid etched
- 2c) Avantblast.

bien es más homogénea que en el caso del grabado ácido, como mostró la comparativa de los parámetros de distancia pico-valle en superficie y en perfil ( $S_p$  y  $R_p$ ).

## DISCUSION

Diversos estudios (5, 22) han mostrado que un bajo valor de rugosidad superficial, como el medido en el implante del lote “mecanizado”, promueve la formación de cápsula fibrosa alrededor del implante, produce una menor área de contacto



hueso-implante y resulta en un torque de desinserción inferior al de superficies más rugosas. Por el contrario, rugosidades con  $R_a$  de un micrómetro o mayores, como los que presentan los implantes de los lotes “grabado” y “Avantblast”, mejoran la unión del hueso a la superficie del implante (5, 10).

La superficie Avantblast® cumple los requerimientos relativos a la necesidad de que el implante presente una rugosidad tal que permita un buen anclaje de las células óseas (5-11, 23), además de presentar una mayor homogeneidad que la superficie grabada. Además, la morfología se asemeja notablemente al ideal teórico para la retención del implante, deducido a partir de principios biomecánicos, consistente en una superficie con pocillos redondeados (24).

El análisis químico por XPS ha permitido detectar elementos presentes en la superficie no detectados con el EDS, ya que es una técnica más sensible. La presencia de contaminación orgánica (carbono) en todas las superficies es inevitable, ya que los hidrocarburos presentes en la atmósfera se adsorben de forma casi instantánea en la superficie de titanio expuesta al aire. Ahora bien, un valor muy elevado de carbono puede ser indicativo de restos de refrigerante u otros contaminantes del proceso de mecanizado. La presencia de elementos no relacionados con el tratamiento de superficie, como sodio, cloro o silicio, también es indicativa de impurezas no eliminadas por el proceso de limpieza.

El incremento de espesor de la capa de óxido de titanio en el tratamiento Avantblast® se consigue mediante la fase de tratamiento térmico por la mayor difusión de oxígeno en el titanio. El mayor espesor reduce la liberación de iones al medio, ya que el óxido de titanio hace de barrera a la difusión de iones (25), y un mayor espesor de la capa de óxido reduce la liberación de iones de forma exponencial (26, 27).

También se ha relacionado el mayor espesor y/o cristalinidad del óxido de titanio con una mayor adsorción de ciertas proteínas en la superficie (12, 15), lo que afecta a la respuesta celular. En concreto, los condrocitos son sensibles al grado de cristalinidad del  $TiO_2$  y su respuesta mejora con el espesor y/o cristalinidad (15). La respuesta in vivo al incremento de espesor de la capa de óxido de titanio también es positiva, ya que al duplicar el espesor de la capa de óxido mediante tratamiento térmico se dobló la fuerza de unión del implante al hueso (14).

Por ello, se espera que la unión de estas dos modificaciones de la superficie del implante tenga como consecuencia un incremento de la osteointegración y una mayor formación de hueso en contacto con la superficie de los implantes tratados con Avantblast® respecto a otras superficies.

## CONCLUSIONES

La rugosidad superficial de los implantes dentales de titanio se puede incrementar mediante tratamientos superficiales de ataque químico. El tratamiento de superficie Avantblast®, además de producir una rugosidad superficial de rango micrométrico, triplica el espesor de la capa de óxido de titanio respecto a la capa natural de óxido, reduciendo la presencia de impurezas en la superficie.

# Physico-chemical characterization of the surface of 9 dental implants with 3 different surface treatments

RODRÍGUEZ-RIUS D, GARCÍA-SABAN F.J. PHYSICO-CHEMICAL CHARACTERIZATION OF THE SURFACE OF 9 DENTAL IMPLANTS WITH 3 DIFFERENT SURFACE TREATMENTS. MED ORAL PATOL ORAL CIR BUCAL 2005;10:58-65.

## ABSTRACT

There are many surface treatments applied to dental implants. The aim of the present investigation is to compare the physico-chemical characteristics of titanium dental implant surfaces with different surface treatments. 9 dental implants from the same batch were divided in 3 groups and received 3 different surface treatments: machined, acid etched and a new chemical surface treatment called Avantblast®. Scanning electron microscopy and confocal microscopy were used to image the treated surfaces, and energy-dispersive spectrometry and X-ray photoelectron spectrometry to provide a chemical characterization of the surfaces.

### Results

The acid etched and chemical etched surfaces had an increased roughness over the machined one. Surface chemical composition had differences between processes, as the surface with the new treatment presented a reduced level of impurities and increased thickness of the titanium oxide layer

### Conclusions

Surface roughness of titanium dental implants and thickness of the titanium oxide layer can be increased with a suitable surface treatment.

**Keywords:** Dental implants, surface treatment, roughness, titanium oxide

## INTRODUCTION

In the last years different surface treatments have been developed in order to achieve an increase of surface roughness on titanium dental implants, such as *TiOblast*®(1), *SLA*®(2), *Osseotite*®(3) or *TiUnite*®(4), for example. Application of surface treatments to increase the dental implant surface roughness (5-8), proves that implant osseointegration at immediate and early stages is improved with a micrometric surface roughness. This improvement is possibly related, as indicated by some studies (8-11), to the existence on the implant surface of a microroughness that promotes cellular adhesion, increased cell differentiation as well as improved osteoblast expression. This effect produces an improved osseointegration and more bone formation.

Other surface modifications recently developed aim to increase the thickness and crystallinity of the titanium oxide surface layer, as some studies suggest the existence of a relationship between an increase of titanium oxide thickness and/or crystallinity with protein adsorption to the surface (12, 13), increased differentia-

tion and osteoblastic growth (14, 15) and better osseointegration of the treated implants (16, 17).

A new surface treatment, Avantblast® (Impladent, Sentmenat, Spain), has been developed. It combines the improvement of osteoblast response achieved with an increment of surface roughness with the advantages of an increased thickness and crystallinity of the titanium oxide layer. The increment of roughness is attained with an homogenization of surface stresses and chemical etching of the surface, while the increase in thickness and crystallinity of the oxide layer is due to a thermal treatment (14, 18, 19). In the present work three different surface treatments, machined, acid etched and Avantblast®, have been studied. The analysis included morphology, chemical surface composition and roughness produced by the different treatments, as well as the thickness of the titanium oxide layer.

## MATERIALS AND METHODS

9 Defcon™ TSA® dental implants (Impladent, Sentmenat, Spain), machined in grade 2 titanium, were selected from the same batch. They were washed and divided in 3 groups of 3 implants each.

The first group of 3 implants (“machined”) did not receive any surface treatment. The next group (“acid etched”) was acid etched with a aqueous solution of hydrofluoric acid, followed by passivation with an aqueous solution of hydrofluoric and nitric acids, as described in ASTM F86 standard. The third group (“Avantblast”) was treated in two steps. An homogenization of surface stresses was followed by chemical etching of the surface with an aqueous solution of hydrofluoric and sulfuric acids. Afterwards, the implant received a thermal treatment.

The prepared samples were individually packaged and gamma-ray sterilized with a minimum dose of 25kGy from a Cobalt-60 source (Aragogamma S.A., Granollers, Spain). Afterwards the samples were analyzed without any other preparation in the region of the implant designed to contact bone.

Surface finishing of the treatments was examined with a scanning electron microscope Jeol JSM-840 (Serveis Científic-Tècnics, Universitat de Barcelona). The beam acceleration voltage was 15kV. Magnification ranged from 14-10.000 x.

Surface chemical composition was studied with two complementary techniques in a flat zone at the end of the implant (1 implant per group). It was analyzed by energy-dispersive spectrometry (EDS) with a Link-Inca equipment attached to a Leica Electroscan 360 SEM (Serveis Científic-Tècnics, Universitat de Barcelona), as well as with an X-ray photoelectron spectrometer (XPS) Physical Electronics 5500 (Serveis Científic-Tècnics, Universitat de Barcelona). The XPS detects the chemical composition of the outer nanometers of the surface. The equipment operated with a monochromatic AlK $\alpha$  radiation in a ultra-high vacuum of 0.6·10<sup>-6</sup> Pa. Electron detection angle was 90° for all measurements. The instrument was calibrated by measuring the reference peak Ag3d5/2 (367.8eV) and 0.44eV of mean peak amplitude with aluminium as excitation source. An argon ion cannon was used for in situ surface ion milling as well as to measure the thickness of the titanium oxide layer, with a mean milling speed of 6nm/min.

Roughness was measured, both surface and profile, on three places of the screw and the flat zone of the implant end (1 implant per group) with a white light confocal microscope Sensofar® PL $\mu$  (Sensofar, Terrassa, Spain). This equipment consist of a Nikon L150 microscope with a SLWD20x objective and a reconstruction and analysis software. The equipment has a vertical reproducibility under 20nm and a lateral resolution of 0.91 $\mu$ m.

For each zone were reported, as surface roughness parameters, the mean roughness ( $S_a$ ), the root mean square (RMS) roughness ( $S_q$ ), the maximum peak value ( $S_p$ ), the surface void volume ( $S_v$ ) and the maximum peak-valley distance ( $S_l$ ). The profile parameters were recorded after applying a gaussian filter and a cut-off filter of 800  $\mu$ m to the profiles measured following the DIN 4768 standard. The reported parameters were the average roughness ( $R_a$ ), the RMS roughness ( $R_q$ ), the maximum profile peak height ( $R_p$ ), the maximum profile valley depth ( $R_v$ ), the maximum height of the profile ( $R_l$ ) and the mean spacing of profile peaks ( $S_m$ ). An analysis of variance (ANOVA) was applied as well as the Tukey post hoc comparative test to the parameter  $S_a$  in order to study statistically the roughness differences between sample groups.

## RESULTS

The analysis of the three groups of implants shows the presence of important differences of surface properties due to the applied surface treatments.

Figure 1 illustrates the surface morphology of the individual surfaces. At low magnification, all implants show a well defined geometry. At higher magnifications (2000x) differences in topography become apparent. The implants from the “machined” group present a surface with parallel valleys, likely the result of machining (figure 1a). The surface of the implants from the group “acid etched”, much rougher than the “machined” implants, had a surface with blocks due to the preferential attack of the hydrofluoric acid (figure 1b), while the “Avantblast” group of implants presented a surface morphology with cavities of sharp edges and a marked porosity evenly distributed, due to the action of the chemical reactive (figure 1c).

Measurements of the chemical composition with EDS did not provided a discrimination between the studied surface treatments, as it just detected titanium and oxygen in all the groups of samples. However, the XPS analysis detected differences between surface treatments (table 1). The results show a reduced presence of carbon and other impurities on the “Avantblast” batch when compared to other surface treatments (20, 21).

Titanium oxide layer thickness was found to be three times higher in the “Avantblast” group implants than in the other two implant groups (table 1).

Implant roughness parameters are shown in tables 2 and 3 (mean and standard deviation of the four measurements per batch). Implant batches “acid etched” and “Avantblast” had statistically rougher surface (p-value: 0.000) than the “machined” one. In this batch, the roughness is caused by the waviness inherent to the machining operation (figure 2a).

The chemical attack in the implant batch “acid etched” increa-

sed roughness up to values over 1  $\mu\text{m}$  (figure 2b). An important component of the acid etched surface roughness are prominent peaks and valleys (with high  $S_p$  and  $R_p$  values), that notably increase the mean roughness.

The implant batch "Avantblast" (figure 2c) had roughness values statistically higher than the two other surfaces (Tukey comparative test, p-value < 0.05). Implant roughness in this batch is also due to a chemical etching, although more homogeneous than the "acid etched" batch, as shown by comparison of the parameters maximum peak and maximum profile peak height ( $S_p$  and  $R_p$ ).

## DISCUSSION

Some studies (5, 22) have shown that a dental implant with a low roughness value, like the measured on the "machined" implant batch, promotes the formation of fibrous tissue around the implant, reduces bone-implant contact and has a lower removal torque value than implants with a rougher surface. However, mean roughness values of 1  $\mu\text{m}$  or above, like the values measured for "acid etched" and "Avantblast" batches, improves bone bonding to the implant surface (5, 10).

The Avantblast<sup>®</sup> surface fulfill the dental implant roughness requirements for a good anchoring of bone cells to the surface (5-11, 23), as well as providing an homogeneous roughness to the treated surface. Besides, the morphology is close to a theoretical optimum for implant retention, as deduced from biomechanical principles, consisting of a surface with rounded cavities (24).

XPS chemical analysis, as a more sensitive technique, has allowed the detection of chemical elements on the implant surface not detected by EDS. The presence of organic contamination (carbon) on every studied surface is unavoidable, as atmospheric hydrocarbons are readily adsorbed on exposed titanium surfaces. However, a high presence of carbon could signal the presence of lubricant or another fabrication contaminants. The presence of elements not related to the surface treatment, like sodium, chlorine or silicon, is also an indication of the presence of remaining impurities after the cleaning process.

The increased thickness of the titanium oxide layer in the Avantblast<sup>®</sup> surface treatment is achieved with a thermal treatment that favors the oxygen diffusion into titanium. The increased thickness reduces the ion release into the medium, as the titanium oxide layer acts as a barrier for the ion diffusion (25), and reduces ion release exponentially (26, 27).

The increase of titanium oxide thickness and/or crystallinity has also been related with an increase of protein adsorption to surface (12, 15), affecting the cell response. For example, chondrocytes are sensitive to the crystallinity of  $\text{TiO}_2$  and its response improves with titanium oxide thickness and/or crystallinity (15). In vivo response to an increment of the titanium oxide thickness is also positive, as doubling the thickness by means of thermal treatment doubled the bone-implant bonding strength (14).

It is expected that the merging of both implant surface modifications in the Avantblast<sup>®</sup> treatment has as a consequence an increased osseointegration and bone formation in contact with the surface of the implants when compared with other surfaces.

## CONCLUSIONS

Surface roughness of titanium dental implants can be increased by means of acid etching surface treatments. The surface treatment Avantblast<sup>®</sup>, in addition to producing a surface roughness of micrometer range, triple the thickness of the titanium oxide layer, and reduces the presence of impurities on the surface.

## BIBLIOGRAFIAREFERENCES

- Cooper LF, Masuda T, Whitson SW, Yliheikkilä P, Felton DA. Formation of mineralizing osteoblast cultures on machined, titanium oxide grit-blasted, and plasma-sprayed titanium surfaces. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1999;14:37-47.
- Wilke HJ, Claes L, Steinemann S. The influence of various titanium surfaces on the interface shear strength between implants and bone. En: Heimke G, Soltész U, Lee AJC, eds. *Advances in Biomaterials*, v9. Amsterdam: Ed. Elsevier; 1990. p. 309-14.
- Khang W, Feldman S, Hawley CE, Gunsolley J. A multi-center study comparing dual acid-etched and machined-surfaced implants in various bone qualities. *J Periodontol* 2001;72:1384-90.
- Hall J, Lausmaa J. Properties of a new porous oxide surface on titanium implants. *Applied Osseointegration Research* 2000;1:5-8.
- 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* 1991;25:889-902.
- Wennerberg 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* 1996;30:251-60.
- Buser D, Nydegger T, Hirt HP, Cochran DL, Nolte LP. Removal torque value of titanium implants in the maxilla of miniature pigs. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1998;13:611-9.
- Lazzara RJ. Bone response to dual acid-etched and machined titanium implant surfaces. En: Davies JE, ed. *Bone Engineering*. Toronto: Em Squared Incorporated; 2000. p. 381-90.
- Cochran DL, Simpson J, Weber HP, Buser D. Attachment and growth of periodontal cells on smooth and rough titanium. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1994;9:289-97.
- Martin JY, Schwartz Z, Hummert TW, Schraub DM, Simpson J, Lankford J et al. Effect of titanium surface roughness on proliferation, differentiation, and protein synthesis of human osteoblast-like cells (MG63). *J Biomed Mater Res* 1995; 29:389-401.
- Orsini G, Assenza B, Scarano A, Piattelli M, Piattelli A. Surface analysis of machined versus sandblasted and acid-etched titanium implants. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2000;15:779-84.
- McAlarney ME, Oshiro MA, McAlarney CV. Effects of titanium dioxide passive film crystal structure, thickness, and crystallinity on C3 adsorption. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1996; 11:73-80.
- Sunny MC, Sharma CP. Titanium-protein interaction: changes with oxide layer thickness. *J Biomater Appl* 1991;6:89-98.
- Hazan R, Brener R, Oron U. Bone growth to metal implants is regulated by their surface chemical properties. *Biomaterials* 1993;14:570-4.
- Boyan BD, Hummert TW, Kieswetter K, Schraub DM, Dean DD, Schwartz Z. Effect of titanium surface characteristics on chondrocytes and osteoblasts in vitro. *Cell Mater* 1995;5:323-35.
- 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* 1994;15:1062-74.
- Sul YT, Johansson CB, Jeong Y, Röser K, Wennerberg A, Albrektsson T. Oxidized implants and their influence on the bone response. *J Mat Sci: Mater in Med* 2002;12:1025-31.
- Radegran J, Lausmaa J, Mattsson L, Rolander U, Kasemo B. Preparation of ultra-thin oxide windows on titanium for TEM analysis. *J Electron Microscop Tech* 1991;19:99-106.
- Kilpadi DV, Lemons JE, Liu J, Raikar GN, Weimer JJ, Vohra Y. Cleaning and heat-treatment effects of unalloyed titanium implant surfaces. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2000;15:219-30.
- Wieland M, Sittig C, Brunette DM, Textor M, Spencer ND. Measurement and evaluation of the chemical composition and topography of titanium implant

surfaces. En: Davies JE, ed. Bone Engineering. Toronto: Em Squared Incorporated; 2000. p. 163-82.

21. Massaro C, Rotolo P, de Riccardis F, Milella E, Napoli A, Wieland M et al. Comparative investigation of the surface properties of commercial titanium dental implants. Part I: chemical composition. *J Mat Sci: Mater in Med* 2002; 13:536-48.

22. 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 Implan Res* 1995;6:24-30.

23. Wennerberg A, Ektessabi 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* 1997;12:486-94.

24. Hansson S, Norton M. The relation between surface roughness and interfacial shear strength for bone-anchored implants. A mathematical model. *J Biomech* 1999;32:829-36.

25. Li J. Behaviour of titanium and titania-based ceramics in vitro and in vivo. *Biomaterials* 1993;14:229-32.

26. Chang E, Lee TM. Effect of surface chemistries and characteristics of Ti6Al4V on the Ca and P adsorption and ion dissolution in Hank's ethylene diamine tetra-acetic acid solution. *Biomaterials* 2002;23:2917-25.

27. Chen G, Wen X, Zhang N. Corrosion resistance and ion dissolution of titanium with different surface microroughness. *Biomed Mater Eng* 1998;8: 61-74.

---