

# Microgeografia di superfici implantari: analisi al SEM-EDS

LAVORO ORIGINALE (81-94)

M. ANDREASI BASSI

\*\*F. MONTECARLO

\*\*E. RAHO

\*\*\*D.A. DI STEFANO

Libero professionista,

Roma

\*Libero professionista,

Perugia

\*\*Libero professionista,

Sava (TA)

\*\*\*Libero professionista,

Milano

## Riassunto

■ **Obiettivi.** Nel presente lavoro vengono analizzate le caratteristiche ultramicroscopiche e composizionali di campioni di titanio di grado 2 a seguito di vari trattamenti di superficie.

■ **Metodi.** Sono stati suddivisi 20 dischetti in titanio in cinque gruppi con caratteristiche di superficie inizialmente identiche. Ogni gruppo ha, in seguito, subito un differente trattamento di superficie che è stato poi valutato mediante SEM equipaggiato con uno spettrometro a dispersione di energia (EDS).

■ **Risultati e Conclusioni.** I risultati dimostrerebbero che l'utilizzo di  $Al_2O_3$ , impiegato nella procedura di sabbiatura degli impianti dentali, non consente, nella successiva fase di mordenzatura acida, un'adeguata decontaminazione delle superfici implantari; invece, l'utilizzo di sabbie acido-solubili, o l'impiego di trattamenti di superficie sottrattivi esclusivamente chimici, permette di ottenere superfici più efficacemente decontaminabili.

## Abstract

### **Micro-geography of implant surfaces: a SEM-EDS analysis**

■ **Objectives.** In the present paper the ultramicroscopical characteristics and composition of grade 2 titanium samples were investigated after different superficial treatments.

■ **Methods.** 20 titanium disks, initially with identical implant surfaces, were divided in 5 groups. Each group underwent a different surface treatment, which has been evaluated using the Scanning Electron Microscopy (SEM) with Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS).

■ **Results and Conclusions.** The results show that using  $Al_2O_3$  in the sand blasting of dental implants does not allow a suitable decontamination of implant surfaces in the following step of acid etching. On the contrary, the use of acid-soluble sands or the use of etching chemical treatments only allows to obtain surfaces more effectively decontaminable.

## Parole chiave

Titanio

Sabbiatura

Mordenzatura acida  
del titanio

Decontaminazione

SEM-EDS

## Key words

Titanium

Sand blasting

Titanium acid etching

Decontamination

SEM-EDS

## Clinical implications

■ La microgeografia della superficie implantare è in grado di condizionare la rapidità del processo di osteointegrazione e l'entità del contatto tra osso e impianto. Questa assume particolare rilevanza soprattutto nella gestione del carico immediato e nelle procedure chirurgiche atte ad aumentare i volumi ossei ai fini implantari.

■ *The micro-geography of implant surfaces is able to condition the quickness of osteointegration and the area of bone-implant interfaces. This is particularly relevant in the management of immediate loading and in surgical procedures aiming at increasing bone volumes in implant dentistry.*

## Introduzione

■ Negli ultimi anni si è assistito a un crescente interesse della ricerca e del mercato riguardo alla micro-geografia della superficie implantare (MSI). Questo perché studi in vitro e in vivo dimostrano che la MSI è in grado di influenzare il contatto tra osso e impianto (BIC, *Bone to implant contact*) e l'attività cellulare nelle fasi precoci della guarigione ossea e pertanto di influire sulla sopravvivenza a breve e lungo termine degli impianti osteointegrati (1-9).

È stato dimostrato che la MSI ha effetti sulla proliferazione, sulla sintesi proteica e sulla differenziazione di cellule mesenchimali totipotenti in osteoblasti. La prima reazione tra le cellule e l'impianto è condizionata dai fluidi interstiziali; è infatti la deposizione di uno strato di macromolecole e acqua che influenza il comportamento delle cellule quando queste interagiscono con la superficie. Questa interazione porta al rilascio di fattori chemiotattici e della crescita che modulano l'attività cellulare nel tessuto circostante (2,8). La MSI può, quindi, facilitare o meno il sequestro dal circolo e la concentrazione dei fattori di crescita normalmente implicati nel processo riparativo dei tessuti, fungendo quindi da regolatrice geometrica dell'angiogenesi e della osteogenesi (2,3). Considerando che la dimensione media di un osteoblasta è intorno ai 10  $\mu\text{m}$ , dovrebbe esistere un range di rugosità "ideale" che viene percepito dalla cellula e che ne condiziona l'espressione fenotipica. In buona sostanza, una superficie accidentata e con distanza tra i picchi inferiore alle dimensioni cellulari non consentirebbe l'appiattimento cellulare e forzerebbe le cellule a mantenere il fenotipo osteoblastico piuttosto che quello fibroblastico (7).

Come la morfologia, anche la chimica di superficie influenza il processo di osteointegrazione. Il titanio è un metallo non nobile, protetto da uno strato passivato biologicamente inerte, composto da biossido di titanio ( $\text{TiO}_2$ ), ossido di titanio (TiO), pen-

tossido di titanio ( $\text{TiO}_3$ ) e contaminanti in piccole quantità. Il biossido di titanio è predominante, conferisce al titanio un'altissima resistenza alla corrosione ed è uno dei fattori decisivi per l'osteointegrabilità del titanio e delle sue leghe (10,11).

In presenza di titanio puro, virtualmente privo di contaminanti superficiali, le eventuali differenze nella modulazione cellulare sono verosimilmente da imputarsi alle variazioni della MSI (2,3). La chimica di superficie ha un indubbio ruolo nell'apposizione di osso perimplantare, in quanto questa influenza largamente l'energia di superficie e, quindi, la bagnabilità dell'impianto (12,13). È comprensibile, perciò, che un aumento della bagnabilità della superficie implantare implichi un'aumentata interazione di quest'ultima con l'ambiente biologico che la circonda (11,13).

La MSI viene realizzata tramite procedure di addizione o sottrazione.

Le procedure di addizione sono state le prime a essere proposte e utilizzate con successo a livello commerciale; esse prevedono il rivestimento della superficie implantare con plasma di titanio (TPS, *Titanium plasma spray*), previo irruvidimento dell'impianto tramite sabbiatura computerizzata. Tale procedimento si esegue con un bruciatore al plasma ad arco voltaico, idoneo a elevare la temperatura di un gas nobile o di una miscela azoto-idrogeno. Il plasma si produce fra un anodo di rame e un catodo di tungsteno raffreddati. Con questo sistema polveri di idruro di titanio, di granulometria compresa tra i 50 e 100  $\mu\text{m}$ , aderiscono sul corpo dell'impianto (4).

Le procedure di sottrazione prevedono che la superficie implantare microritentiva venga realizzata tramite un processo di sabbiatura e mordenzatura acida. Le sabbie impiegate presentano una granulometria variabile e possono essere: allumina, microsferi di vetro, miscele delle due (variabili sia nel rapporto percentuale che nella granulometria), idrossiapatite oppure diossido di titanio (4,14,15).

Successivamente, si procede al trattamento delle superfici sabbiare mordenzandole (decapaggio) con acidi. In letteratura è riportato che il decapaggio con miscele in soluzione acquosa di acidi (come:  $\text{HNO}_3$ -HF oppure  $\text{HCl}$ - $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) costituisce un efficace metodo di pulizia dopo sabbiatura (4,13). Tramite il processo di mordenzatura, si formano dei microcrateri, che producono un ulteriore aumento della superficie implantare rispetto alla superficie liscia. Tale aumento varia in funzione del trattamento eseguito. Numerose case produttrici utilizzano, come fase finale della decontaminazione, un processo di pulizia sotto vuoto in presenza di un plasma freddo di argon (4,16). La superficie neostrutturata si ossida spontaneamente passivandosi; in taluni casi vengono, però, adottate delle procedure di ossidazione in condizioni fisico-chimiche controllate (ossidazione anodica) (17,18). Le procedure di trattamento sottrattive sono attualmente preferite, perché più versatili e a basso costo (4). Come già accennato, la finalità della sabbiatura è quella di produrre delle microscalfitture sulla superficie dell'impianto. Perché questo si verifichi, è necessario che le particelle della sabbia utilizzata abbiano una sufficiente durezza, possibilmente superiore a quella del materiale su cui impattano, per poter generare indentature sulla sua superficie. La duttilità e malleabilità del titanio facilitano, però, l'incuneamento di queste particelle. Un requisito fondamentale richiesto ai materiali, con cui sono realizzate le sabbie, è che siano biocompatibili, caratteristica questa tipica dei materiali chimicamente inerti. L'inerzia chimica implica un'elevata resi-

stenza del materiale agli acidi e agli alcali (17,18). I materiali, come l'allumina e il vetro, rispondono a questa caratteristica. Nel presente studio si vuole verificare l'ipotesi che l'utilizzo delle comuni sabbie nella procedura di sabbiatura degli impianti dentali non consenta, nella successiva fase di mordenzatura acida, un'ideale decontaminazione delle superfici implantari, mentre l'utilizzo di sabbie acido-solubili o l'impiego di trattamenti di superficie sottrattivi esclusivamente chimici consentano di ottenere superfici più efficacemente decontaminabili.

## Materiali e metodi

Lo scopo del lavoro è stato di confrontare il grado di purezza e di rugosità ottenibile con diversi trattamenti di superficie eseguiti su 20 dischetti di titanio di grado 2 (diametro 8 mm, spessore 1 mm) (4). I 20 dischetti sono stati suddivisi in cinque gruppi di quattro ciascuno. Tutti i campioni presentavano, inizialmente, identiche caratteristiche di superficie che erano esclusivamente il prodotto del procedimento di tornitura (*machined*). Ogni gruppo ha, in seguito, subito un differente trattamento di superficie (*tabella I*).

**Gruppo 1:** sgrassaggio con soluzione satura a base di tensioattivi anionici (STA) in bagno ultrasonico, sterilizzazione con calore secco.

**Gruppo 2:** sgrassaggio con STA in bagno ultrasonico, decontaminazione con acido nitro-fluoridrico ( $\text{HNO}_3$ -HF) ad alta concentrazione, sterilizzazione con calore secco.

Tabella I - Tabella riassuntiva dei trattamenti effettuati su ciascun gruppo di campioni

Gruppo	STA	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{CaCO}_3$	$\text{HNO}_3$ -HF	Dec. $\text{HNO}_3$ -HF	HCl	Steril.
1	x						x
2	x				x		x
3	x	x			x		x
4	x		x		x	x	x
5	x			x	x		x

STA: sgrassaggio con soluzione satura a base di tensioattivi anionici;

$\text{Al}_2\text{O}_3$ : sabbiatura con allumina;

$\text{CaCO}_3$ : sabbiatura con carbonato di calcio;

$\text{HNO}_3$ -HF: mordenzatura con acido nitro-fluoridrico a bassa concentrazione;

Dec.  $\text{HNO}_3$ -HF: decontaminazione con acido nitro-fluoridrico ad alta concentrazione;

HCl: trattamento con acido cloridrico;

Steril.: sterilizzazione con calore secco per 3 ore.

M. Andreasi Bassi et al.

**Gruppo 3:** sabbiatura con allumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) con granulometria da  $177 \pm 78 \mu\text{m}$ , sgrassaggio con STA in bagno ultrasonico, decontaminazione con  $\text{HNO}_3$ -HF ad alta concentrazione, sterilizzazione con calore secco.

**Gruppo 4:** sabbiatura con carbonato di calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) con granulometria da  $100 \pm 44 \mu\text{m}$ , trattamento con acido cloridrico (HCl), sgrassaggio con STA in bagno ultrasonico, decontaminazione con  $\text{HNO}_3$ -HF ad alta concentrazione, sterilizzazione con calore secco.

**Gruppo 5:** mordenzatura con  $\text{HNO}_3$ -HF a bassa concentrazione, decontaminazione con  $\text{HNO}_3$ -HF ad alta concentrazione, sgrassaggio con STA in bagno ultrasonico, sterilizzazione con calore secco.

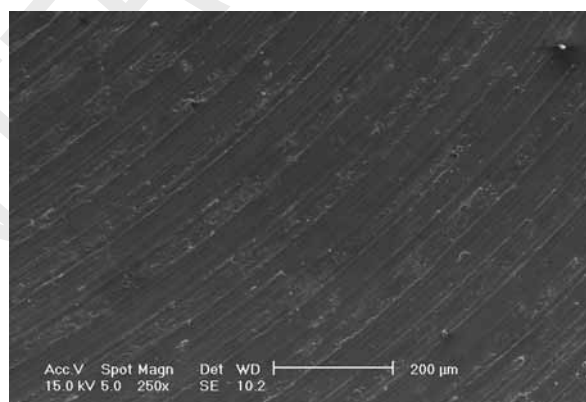
Tutti i campioni sono stati sigillati singolarmente in contenitori di vetro con tappo a tenuta stagna prima della procedura di sterilizzazione, al fine di mantenerne inalterate le caratteristiche superficiali. Le caratteristiche di superficie dei campioni dei cinque gruppi sono state in seguito investigate con un microscopio elettronico a scansione (SEM) (SEM Philips XL30), equipaggiato con uno spettrometro a dispersione di energia (EDS), collegato a un analizzatore EDAX (Genesis DX4) in grado di effettuare un'analisi quali-quantitativa finalizzata all'individuazione di eventuali contaminanti sulla superficie dei campioni non metallizzati. L'analisi microscopica è stata condotta con un rilevatore standard di elettroni secondari (SE) a vari ingrandimenti (da 50 a 3000 $\times$ ). Non esiste una tecnica ideale per la misurazione della microrugosità di superficie: il SEM è lo strumento tra i più impiegati con questa finalità, sebbene consenta analisi quantitative della rugosità limitate, come la misura della distanza tra i picchi e le dimensioni dei crateri. Per la misurazione dei principali parametri utilizzati nella definizione della rugosità superficiale, sono necessarie altre tecniche di indagine, come la profilometria con stilo meccanico o la profilometria laser oppure la microscopia a interferenza (19). Al fine di ottenere un maggior numero di informazioni sulla rugosità dei campioni, le immagini a 1000 $\times$  sono state processate mediante due software per l'analisi digitale dell'immagine (Image Pro Plus 4.1, Media Cybernetics; Image J 1.38x, Wayne Rasband, NIH). Le immagini avevano una profondità di grigi a 8-bit (256 toni di grigio). Per l'analisi è stata selezionata, su ciascuna immagine, un'area di  $42.081 \mu\text{m}^2$  ( $249 \times 169 \mu\text{m}$ ) della

quale è stata rappresentata la distribuzione dei toni di grigio (GT) mediante istogramma. È stato, inoltre, selezionato un profilo dei GT su un asse di analisi lungo  $50 \mu\text{m}$ , rappresentativo di ciascuna area analizzata, al fine di misurare la distanza tra i picchi.

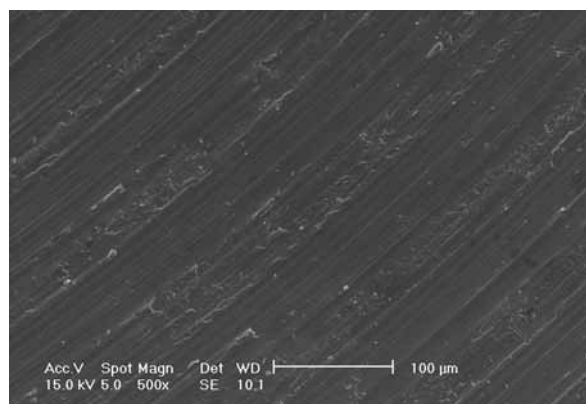
## Risultati e discussione

### Gruppo 1

I campioni di questo gruppo hanno una superficie *machined* e quindi prevalgono le asperità e i solchi concentrici prodotti dal procedimento meccanico di tornitura (*figg.1-5*). La superficie è poco rugosa e il suo profilo si colloca all'estremo inferiore del range di rugosità di superficie (distanza media tra i picchi  $2,23 \pm 0,93 \mu\text{m}$ ) (*fig. 6*). L'istogramma mostra una distribuzione dei GT su un intervallo ristretto di valori (GT media  $66,9 \pm 9,2$ ) (*fig. 7*); ciò è imputabile



**Fig. 1** - Immagine al SEM di un campione tornito non decontaminato (gruppo 1): sono evidenti le asperità e i solchi concentrici prodotti dal procedimento meccanico di tornitura (250 $\times$ )



**Fig. 2** - Immagine al SEM dello stesso campione a più forte ingrandimento (500 $\times$ )

a un procedimento poco aggressivo che crea picchi e valli scarsamente pronunciati, rendendo la superficie relativamente omogenea. Sono evidenti contaminanti confermati dall'analisi EDS (boro, azoto, alluminio, tecnezio e palladio) (fig. 8).

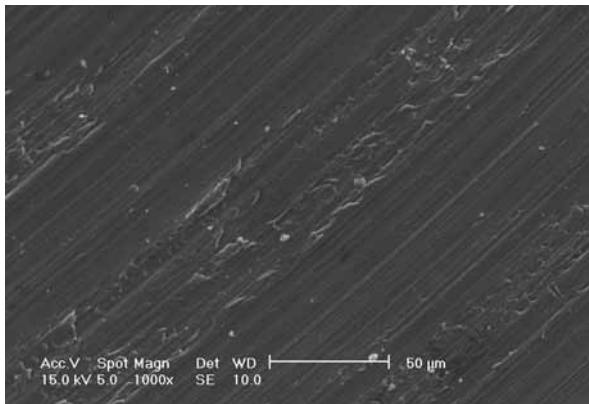


Fig. 3 - Particolare di un campione del gruppo 1 (1000x)

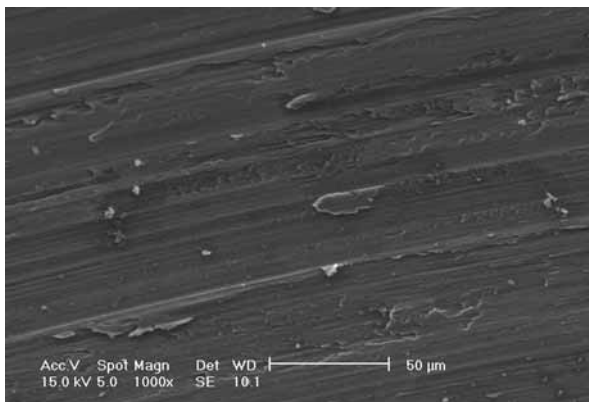


Fig. 4 - Particolare di un campione del gruppo 1: è evidente la presenza di contaminanti (1000x)

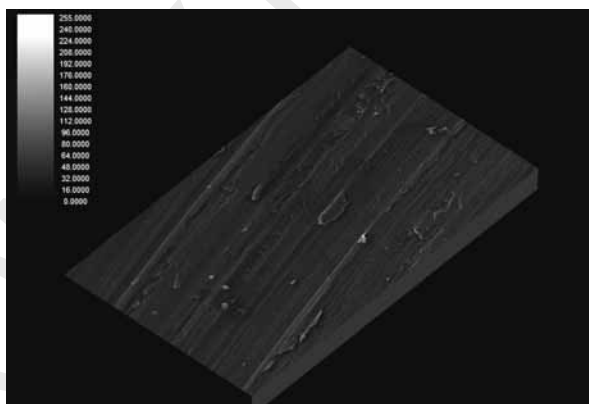


Fig. 5 - Elaborazione 3D della superficie di un campione del gruppo 1 (1000x)

Microgeografia di superfici implantari: analisi al SEM-EDS

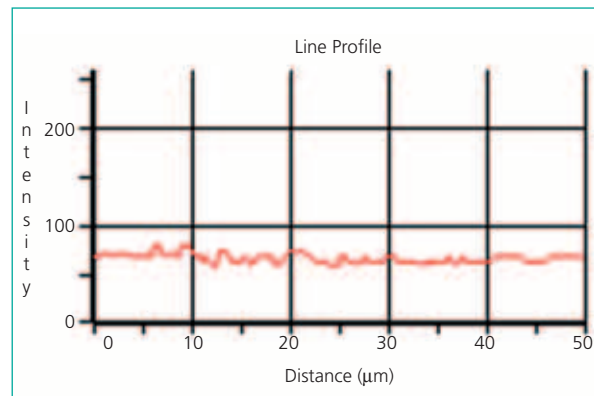


Fig. 6 - L'analisi dei profili mostra che i picchi e le valli sono scarsamente rappresentati

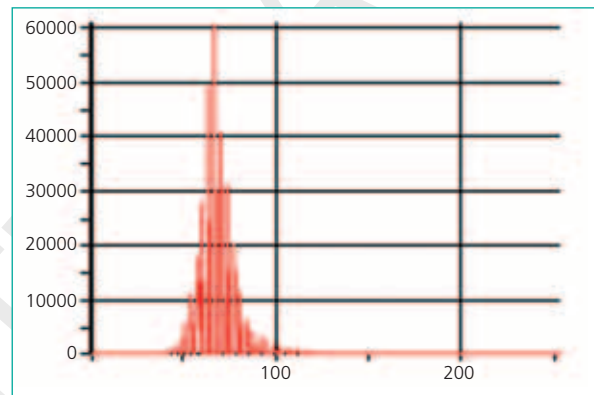


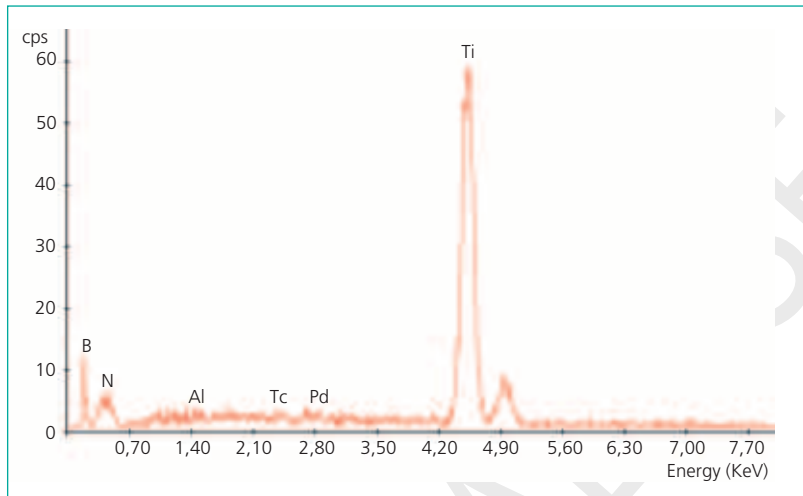
Fig. 7 - L'istogramma di uno dei campioni del gruppo 1 mostra che la superficie è particolarmente omogenea

## Gruppo 2

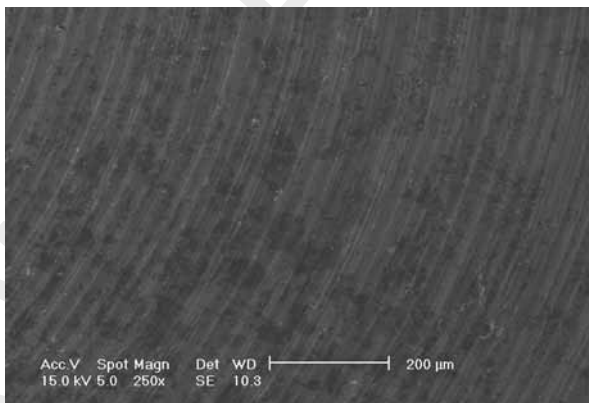
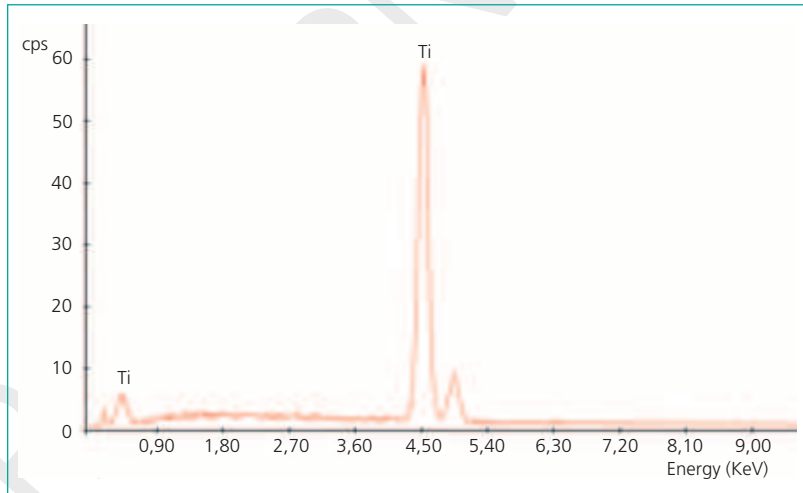
Rispetto a quelli del gruppo 1, la superficie di questi campioni risulta priva di contaminanti all'analisi EDS (fig. 9); inoltre, i rilievi prodotti dal procedimento di tornitura risultano attenuati, a dimostrazione del fatto che il trattamento di decontaminazione è un procedimento a tutti gli effetti di tipo sottrattivo in grado di erodere il titanio e al contempo di rimuovere eventuali contaminanti su di esso presenti (figg. 10-14). Sono evidenti inoltre dei crateri dai contorni irregolari poco profondi e delle micro-cavità sia puntiformi che di forma allungata prodotte dall'attacco acido (figg. 12, 13). È verosimile che la corrosione puntiforme sia innescata da differenze nella composizione superficiale del titanio che creano zone di minor resistenza (17). Le caratteristiche di superficie sono, quindi, simili a quelle del gruppo 1: infatti l'istogramma mostra, anche in questo caso, una distribuzione dei valori in un range ristretto di GT (GT

M. Andreasi Bassi et al.

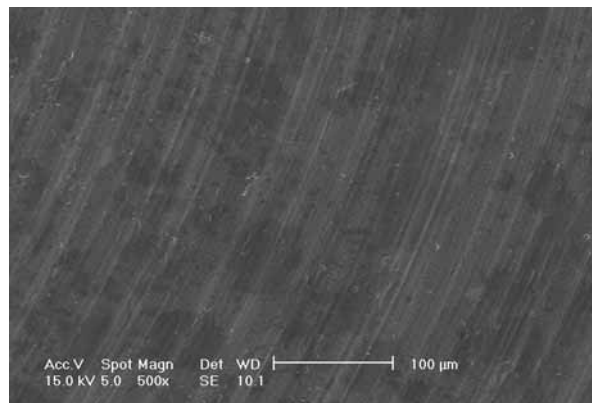
**Fig. 8** - L'analisi EDS conferma la presenza di contaminanti



**Fig. 9** - Lo spettro EDS dei campioni del gruppo 2 conferma l'assenza di contaminanti



**Fig. 10** - Immagine al SEM di un campione tornito decontaminato (gruppo 2), i rilievi prodotti dal procedimento di tornitura risultano attenuati a causa dell'attacco acido (250x)



**Fig. 11** - Immagine al SEM dello stesso campione a più forte ingrandimento (500x)

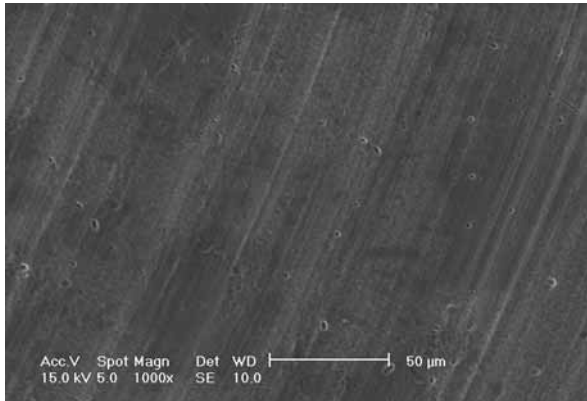


Fig. 12 - Particolare di un campione del gruppo 2 (1000x)

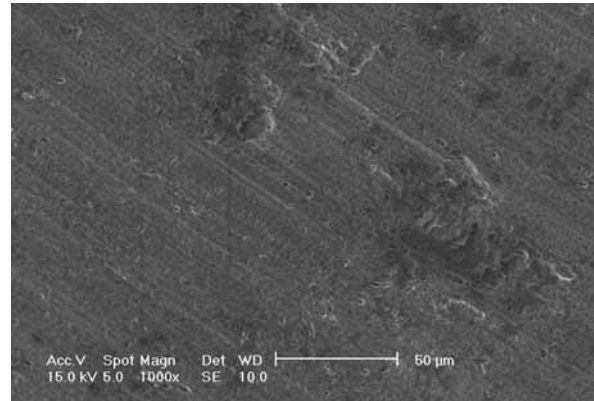


Fig. 13 - Particolare di un campione del gruppo 2: sono presenti dei crateri dai contorni irregolari poco profondi e delle microcavità sia puntiformi sia di forma allungata prodotte dall'attacco acido (1000x)

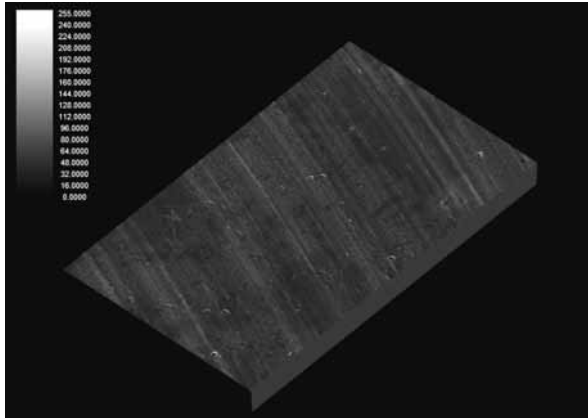


Fig. 14 - Elaborazione 3D della superficie di un campione del gruppo 2 (1000x)

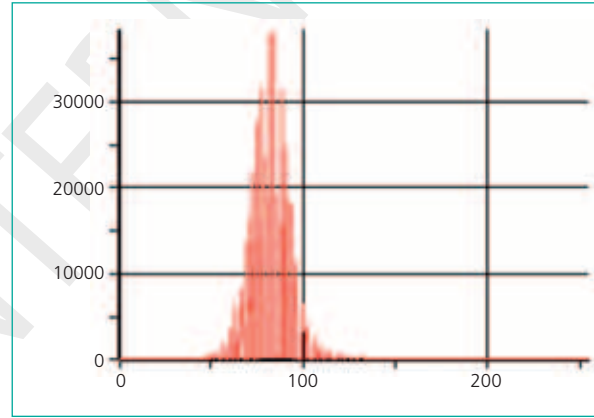


Fig. 15 - L'istogramma dei campioni del gruppo 2 mostra che la superficie è più eterogenea rispetto ai campioni del gruppo 1, probabilmente a causa della presenza delle microcavità prodotte dall'attacco acido

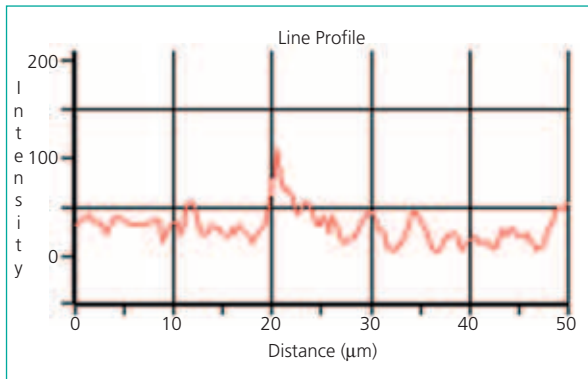
media  $77,1 \pm 8,5$ ) (fig. 15). L'analisi dei profili dimostra una maggiore eterogeneità di valori, probabilmente da imputarsi alla presenza delle microcavità puntiformi assenti nel gruppo 1 (distanza media tra i picchi  $2,9 \pm 2,2 \mu\text{m}$ ) (fig. 16).

### Gruppo 3

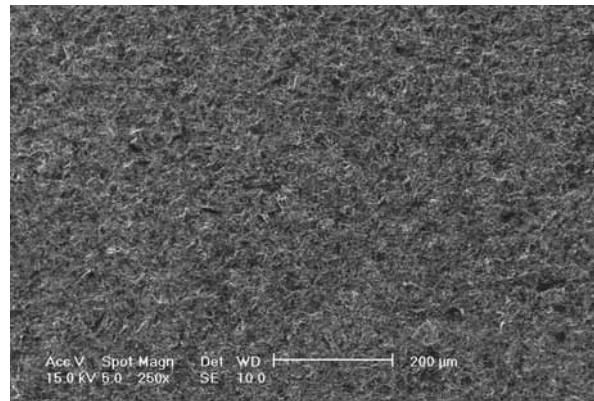
La superficie dei campioni di questo gruppo risulta fortemente tormentata (figg. 17-21). Al maggior ingrandimento è evidente la presenza di particelle di allumina incuneatesi sulla superficie del campione durante il procedimento di sabbiatura (figg. 19, 20). È evidente che il procedimento di decontaminazione non è in grado di rimuovere completamente i contaminanti, qualora questi manifestino

un'evidente inerzia chimica, o risultino profondamente incuneati nella superficie del titanio. Non è da escludere che tempi di decontaminazione più lunghi o soluzioni decontaminanti più aggressive possano, erodendo il titanio, eliminare completamente il biossido di alluminio. Non sono noti, però, al momento gli effetti di un trattamento chimico più aggressivo sulla rugosità di questo tipo di superficie. L'istogramma dimostra che l'intervallo dei GT copre quasi tutta la scala dei valori, a dimostrazione dell'eterogeneità della superficie (GT media  $95,9 \pm 41,5$ ) (fig. 22); l'elevato valore della deviazione standard indica la presenza sia di rilievi che di depressioni, anche se queste ultime sono maggiormente rappresentate a causa della

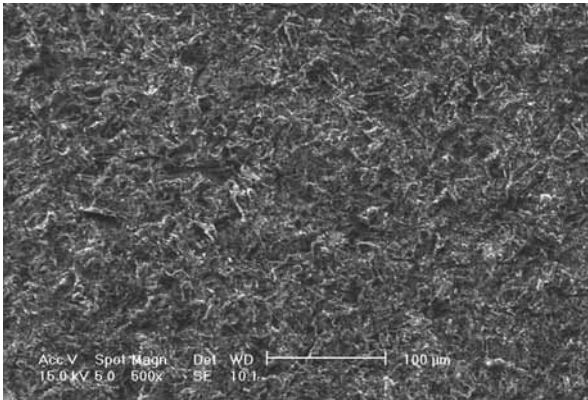
M. Andreasi Bassi et al.



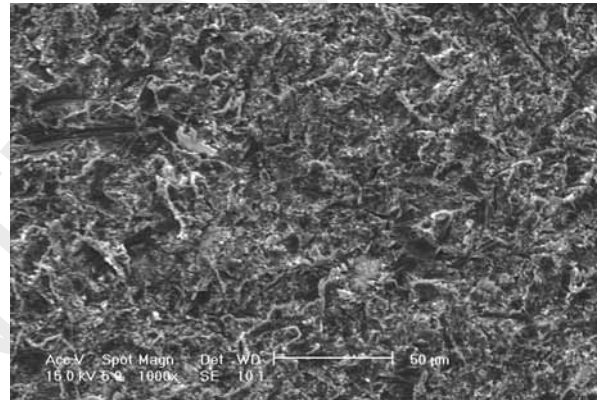
**Fig. 16** - L'analisi dei profili dei campioni del gruppo 2 mostra che questi sono più accidentati rispetto a quelli del gruppo 1



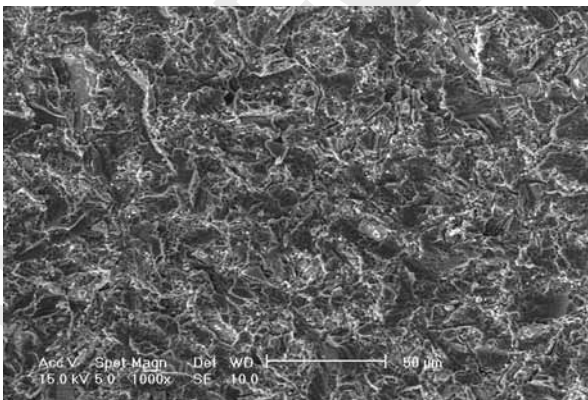
**Fig. 17** - Immagine al SEM di un campione sabbinato con allumina e decontaminato (gruppo 3): la superficie risulta particolarmente tormentata (250x)



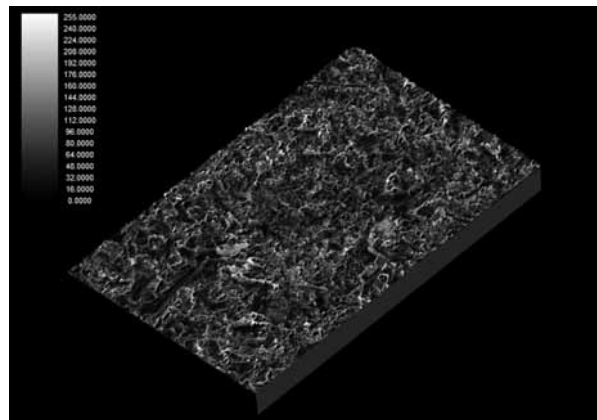
**Fig. 18** - Immagine al SEM dello stesso campione a più forte ingrandimento (500x)



**Fig. 19** - Immagine al SEM di un campione del gruppo 3: è evidente la presenza di particelle di allumina incuneatesi sulla superficie del titanio (1000x)

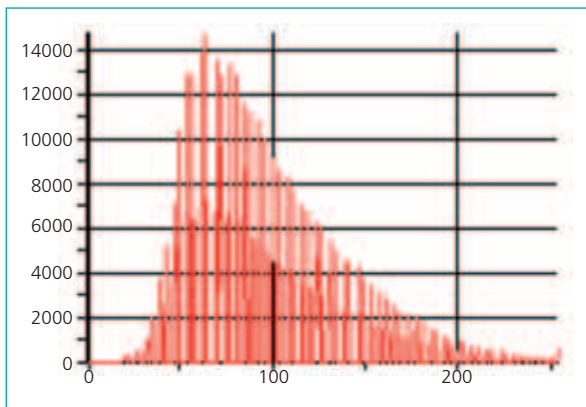


**Fig. 20** - Particolare di un campione del gruppo 3: oltre all'allumina è evidente la presenza di microcavità sulla superficie del titanio prodotte dalla procedura di decontaminazione acida (1000x)



**Fig. 21** - Elaborazione 3D della superficie di un campione del gruppo 3 (1000x)





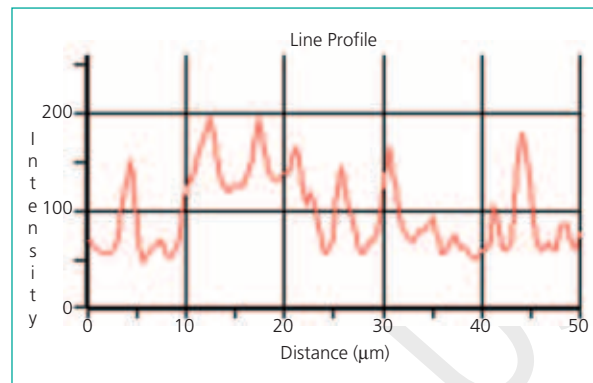
**Fig. 22** - L'istogramma dei campioni del gruppo 3 indica la presenza sia di rilievi che di depressioni, anche se queste ultime sono maggiormente rappresentate a causa della prevalenza dei toni bassi

prevalenza dei toni bassi (*fig. 22*). I profili mostrano picchi e valli particolarmente pronunciati (distanza media tra i picchi  $3,1 \pm 1,1 \mu\text{m}$ ) (*fig. 23*).

L'analisi EDS dei campioni evidenzia la contaminazione della superficie in titanio con biossido di alluminio (*fig. 24*).

#### Gruppo 4

La superficie dei campioni di questo gruppo è irregolarmente ricoperta da scalfitture e depressioni irregolari, verosimilmente rappresentate da *minus*, conseguenti alla dissoluzione acida delle particelle di  $\text{CaCO}_3$  precedentemente incuneatesi sulla superficie del campione a seguito del procedimento di sabbatura (*figg. 25-29*). La superficie è priva di contaminanti, a riprova dell'acido-solu-

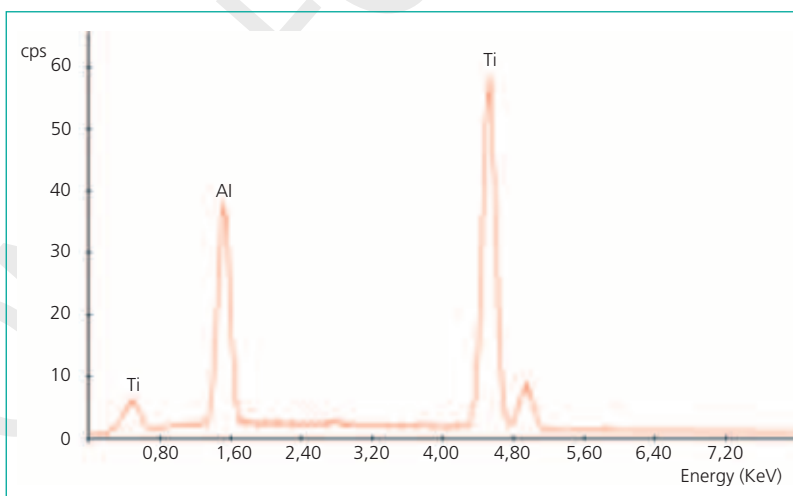


**Fig. 23** - I campioni del gruppo 3 presentano dei profili caratterizzati da picchi e valli particolarmente pronunciati

bilità delle particelle di  $\text{CaCO}_3$  (*fig. 30*). La distribuzione dei GT copre tutta la gamma dei valori, ma prevalgono i toni bassi, quindi c'è una prevalenza delle depressioni sulle asperità (GT media  $91,4 \pm 39,7$ ) (*fig. 31*). L'analisi dei profili dimostra che la distanza tra i picchi è simile a quella dei campioni del gruppo 2, ma tra questi sono interposte valli molto profonde (distanza media tra i picchi  $2,7 \pm 1,4 \mu\text{m}$ ) (*fig. 32*).

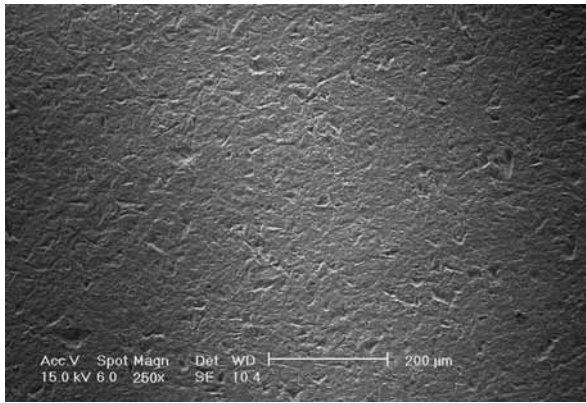
#### Gruppo 5

Le superfici di questo gruppo presentano una spiccata rugosità, dovuta esclusivamente ad acidificazione e decontaminazione con acido  $\text{HNO}_3$ -HF. Le microrugosità si presentano sotto forma di crateri, variabili per forma e dimensioni, che si inter-

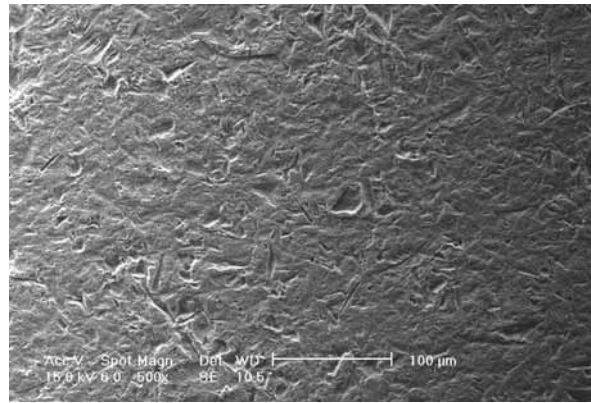


**Fig. 24** - L'analisi EDS dei campioni del gruppo 3 mostra una evidente contaminazione della superficie con biossido di alluminio

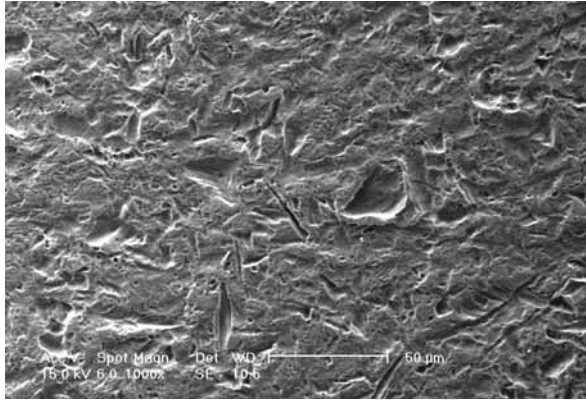
M. Andreasi Bassi et al.



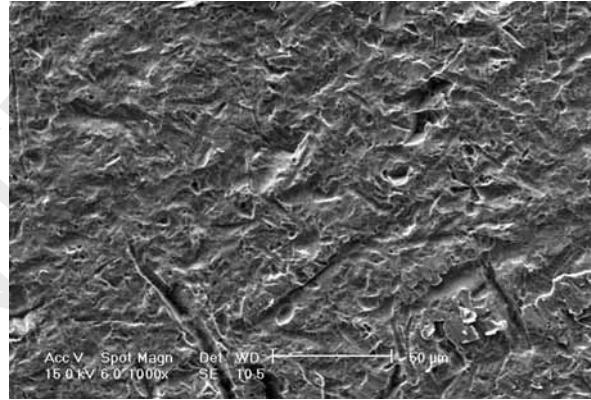
**Fig. 25** - Immagine al SEM di un campione del gruppo 4: sono evidenti scalfitture e depressioni irregolari conseguenti alla dissoluzione acida delle particelle di  $\text{CaCO}_3$ , precedentemente incuneatesi sulla superficie del campione a seguito del procedimento di sabbatura (250x)



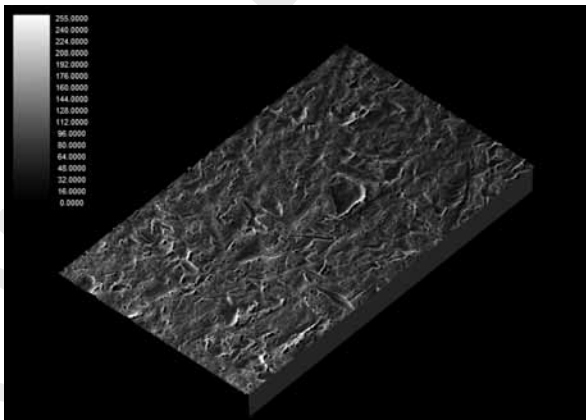
**Fig. 26** - Immagine al SEM dello stesso campione a più forte ingrandimento (500x)



**Fig. 27** - Particolare di un campione del gruppo 4 (1000x)

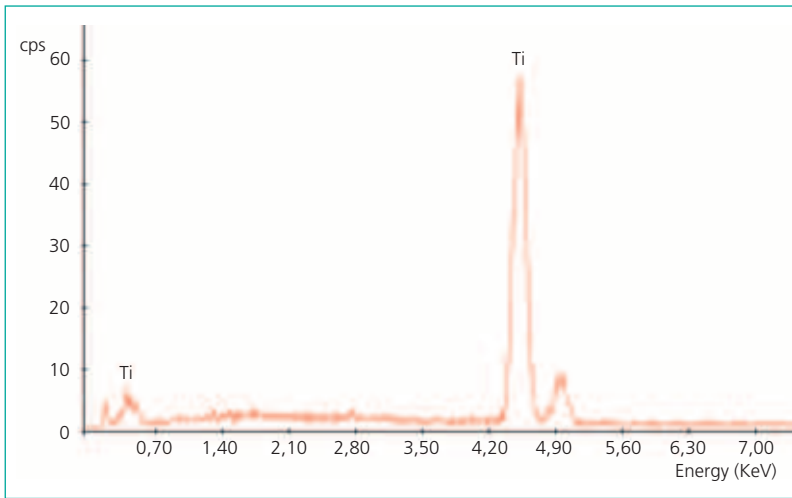


**Fig. 28** - Particolare di un campione del gruppo 4 (1000x): sono evidenti le scalfitture prodotte dall'impatto delle particelle di  $\text{CaCO}_3$  sulla superficie del titanio

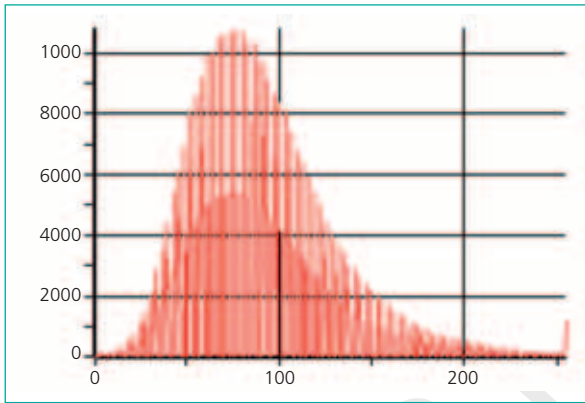


**Fig. 29** - Elaborazione 3D della superficie di un campione del gruppo 4 (1000x)

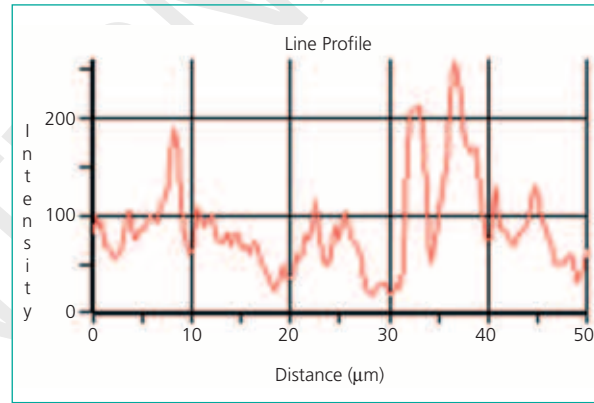
secano tra loro (*figg. 33-37*). L'analisi SEM-EDS, eseguita su più punti della superficie, mostra che il metallo in esame ha caratteristiche costanti e omogenee e non si notano differenze qualitative sostanziali tra le varie parti in esame. Questo tipo di trattamento determina un'elevata purezza superficiale difficilmente raggiungibile con le altre metodiche analizzate (*fig. 38*). L'istogramma dei GT mostra un'ampia distribuzione con prevalenza di toni bassi da riferirsi alla presenza di crateri (GT media  $95,3 \pm 33,9$ ) (*fig. 39*). L'analisi dei profili evidenzia la presenza di depressioni e asperità molto pronunciate (distanza media tra i picchi  $3,3 \pm 0,9$   $\mu\text{m}$ ) (*fig. 40*).



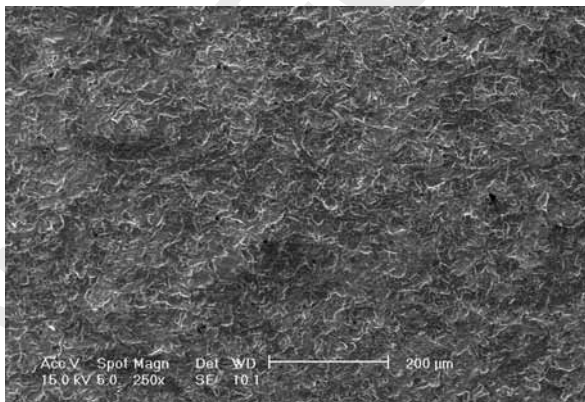
**Fig. 30** - Lo spettro EDS dei campioni del gruppo 4 mostra la completa dissoluzione delle particelle di  $\text{CaCO}_3$



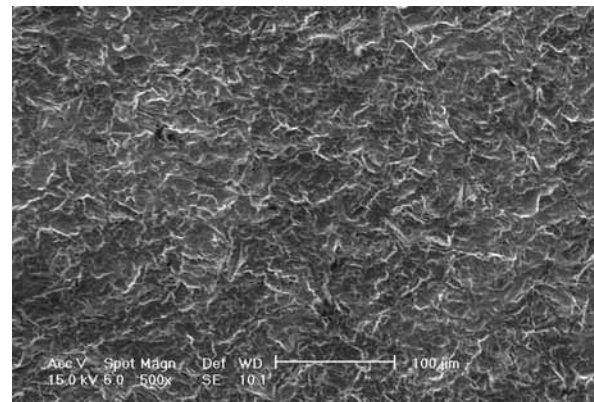
**Fig. 31** - L'istogramma dei campioni del gruppo 4 mostra una prevalenza delle depressioni (toni bassi) sulle asperità (toni alti)



**Fig. 32** - L'analisi dei profili dei campioni del gruppo 4 dimostra marcate depressioni interposte tra i rilievi



**Fig. 33** - Immagine al SEM di un campione acidificato e decontaminato (gruppo 5): le microrugosità si presentano sotto forma di crateri, variabili per forma e dimensioni, che si intersecano tra loro (250x)



**Fig. 34** - Immagine al SEM dello stesso campione a più forte ingrandimento (500x)

M. Andreasi Bassi et al.

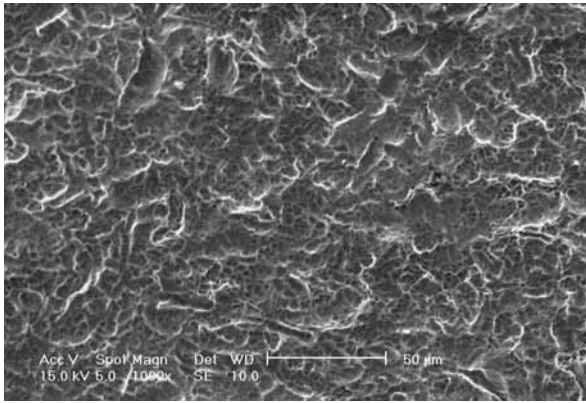


Fig. 35 - Particolare di un campione del gruppo 5 (1000x)

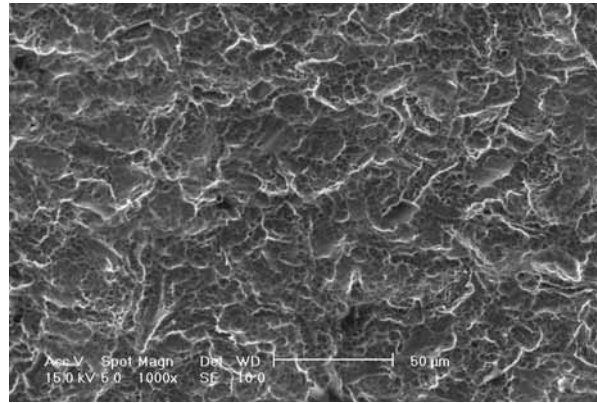


Fig. 36 - Particolare di un campione del gruppo 5: la superficie è omogeneamente tormentata da crateri dai contorni irregolari (1000x)

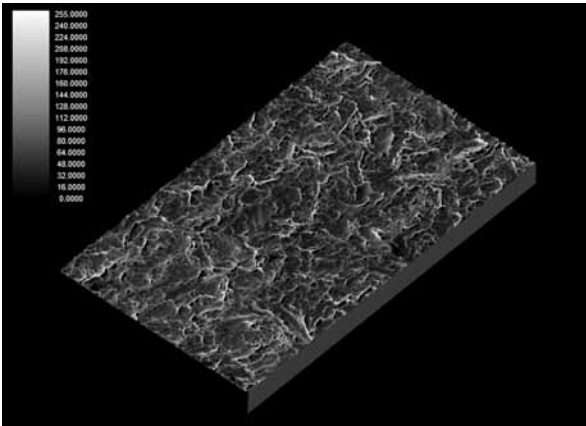
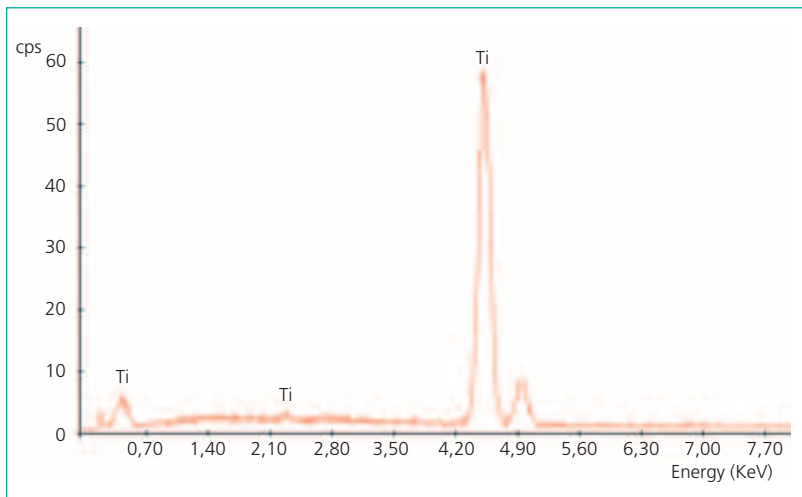


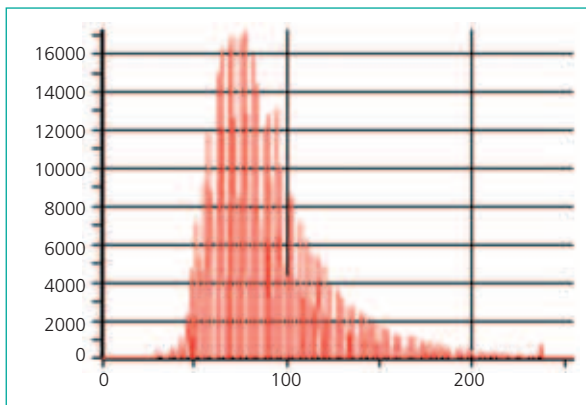
Fig. 37 - Elaborazione 3D della superficie di un campione del gruppo 5 a 1000x

### Conclusioni

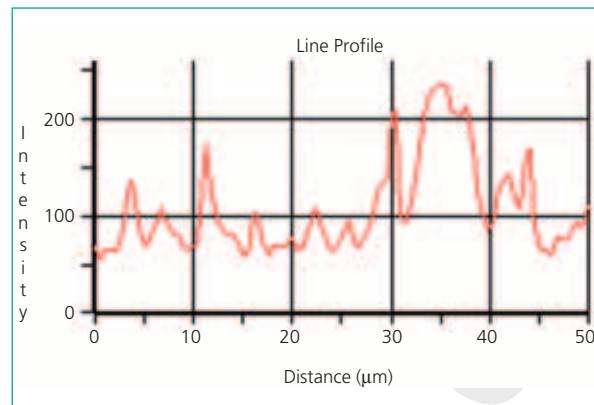
■ L'analisi al SEM dei campioni dei vari gruppi dimostrerebbe che esiste una differenza circa le caratteristiche superficiali del titanio a seguito dei vari trattamenti di superficie. Pur escludendo le superfici *machined* che, come è risaputo, sono caratterizzate dai più bassi valori di BIC, allo stato attuale delle nostre conoscenze non è noto quale, tra le altre superfici prese in esame, sia la più idonea a promuovere l'osteointegrazione (4). Certo è che il procedimento di sabbatura produce una contaminazione irreversibile dell'impianto, soprattutto se la sabbia impiegata non è solubile negli acidi che normalmente non in-

Fig. 38 - L'analisi EDS dei campioni del gruppo 5 conferma la loro elevata purezza superficiale





**Fig. 39** - L'istogramma dei campioni del gruppo 5 mostra una prevalenza delle depressioni sulle asperità



**Fig. 40** - L'analisi dei profili dei campioni del gruppo 5 evidenzia la presenza di depressioni e asperità molto pronunciate

taccano il titanio (per esempio acido ortofosforico). L'impiego di miscele di acidi inorganici, come il nitro-fluoridrico, in formulazioni particolarmente aggressive per il titanio potrebbero consentire la rimozione di buona parte del materiale incuneato sulla superficie implantare, dopo la sabbiatura, con probabili effetti però sulla microrugosità finale dell'impianto. Per questo è auspicabile l'impiego di sabbie acido-solubili come quelle, per esempio, a base di fosfato o carbonato di calcio, anche se la loro minore durezza, rispetto all'allumina e ai vetri silicici, implicherebbe una minore rugosità della superficie implantare a seguito della sabbiatura. Inoltre, la ridotta durezza di queste sabbie provocherebbe la loro frammentazione, durante la sabbiatura, con riduzione della grana e conseguentemente della rugosità prodotta sulla superficie implantare. Questo implicherebbe la necessità di una loro continua sostituzione al fine di ottenere delle superfici implantari con una rugosità ripetibile.

Un'alternativa può essere rappresentata dalla sabbiatura con  $TiO_2$ . Anche questa metodica, già descritta in letteratura, offre degli indubbi vantaggi in quanto non contamina virtualmente la superficie implantare, e il materiale utilizzato è sensibile alle comuni soluzioni impiegate per il decapaggio acido (14).

Come già descritto, i materiali comunemente impiegati per la sabbiatura (allumina, idrossiapatite,  $TiO_2$ ) devono essere necessariamente inerti dal punto di vista biochimico, in modo da non influenzare negativamente l'osteointegrazione qualora persistano in tracce, sulla superficie implantare, anche dopo il procedimento di decontaminazione mediante mordenzatura acida (19).

Il trattamento chimico con acido nitro-fluoridrico a bassa concentrazione sembrerebbe in grado di produrre un livello di rugosità, paragonabile a quello prodotto dai procedimenti di sabbiatura, senza compromettere la purezza superficiale del titanio. Per questo motivo è consigliabile che quest'ultimo procedimento sia, in un prossimo futuro, ulteriormente studiato al fine di valutare se offra o meno vantaggi concreti rispetto ai tradizionali metodi di sabbiatura associati a blande decontaminazioni con acido nitro-fluoridrico.

#### Ringraziamenti

*Si ringrazia la ditta FMD per la preziosa collaborazione offerta sia nella realizzazione dei campioni in titanio sia nei loro vari trattamenti di superficie.*

#### Conflitto di interessi

Gli autori dichiarano di essere esenti da conflitto di interessi.

#### Bibliografia

1. Bowers KT, Keller J, Radolph BA, Wick DG, Michaels CM. Optimization of surface micromorphology for enhanced osteoblast responses in vitro. *Int J Maxillofac Implants* 1992;7:302-10.
2. Davies JE. Mechanisms of endosseous integration. *Int J Prosthodont* 1998;11:391-401.
3. Puleo DA, Nanci A. Understanding and controlling the bone-implant interface. *Biomaterials* 1999;20:2311-21.
4. Morra M, Cassinelli C, Di Carlo F. Le superfici implantari. In: Malchiodi L. *Chirurgia Implantare*. Bologna: Ed Martina, 2003; p. 3-34.
5. Martin JY, Schwartz Z, Hummert TW, Schraub DM, Simpson J, Lankford J Jr et al. Effect of titanium surface

M. Andreasi Bassi et al.

roughness on proliferation, differentiation and protein synthesis of human osteoblast-like cells (MG-63). *J Biomed Mater Res* 1995;29:389-401.

6. Boyan BD, Batzer R, Kieswetter K et al. Titanium surface roughness alters responsiveness of MG-63 osteoblast-like cells to 1 $\alpha$ , 25-(OH) $_2$ D $_3$ . *J Biomed Mater Res* 1998;39:77-85.

7. Boyan BD, Scharz Z. Modulation of osteogenesis via implant surface design. In: Davies JE. *Bone Engineering*. Toronto: Em Squared Inc, 2000; p. 232-9.

8. Kieswetter K, Schwartz Z, Hummert TW, Cochran DL, Simpson J, Dean DD et al. Surface roughness modulate the local production of growth factors and cytokines by osteoblast-like MG-63 cells. *J Biomed Mater Res* 1996;32:55-63.

9. 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.

10. Albrektsson T. The response of bone to titanium implant. *Crit Rev Biocompatibil* 1984;1:53-84.

11. Textor M, Sitting C, Frauchiger V, Tosatti S, Brunette DM. Properties and biological significance of natural oxide films on titanium and its alloys. In: Brunette DM, Tengvall P, Textor M, Thomsen P. *Titanium in medicine*. Berlin: Springer Editors, 2001; p. 87-144.

12. Kipaldi DV, Lemmons JE. Surface Energy characterization of unalloyed titanium implants. *J Biomed Mater Res* 1994;28:1419-25.

13. Buser D, Brogini N, Wieland M, Schenk RK,

Denzer AJ, Cochran DL et al. Enhanced bone apposition to a chemically modified SLA titanium surface. *J Dent Res* 2004;83(7):529-33.

14. Biasotto M, Scuor N, Chiesa R, Schmid C, Di Lenarda R, Cigada A. Caratterizzazione di superfici di titanio per impianti. *Biomateriali* 2001;1:5-13.

15. Gotfredsen K, Wennerberg A, Johansson C, Skovgaard LT, Hjørting-Hansen E. Anchorage of TiO $_2$ -blasted, Ha-coated and machined implants: an experimental study with rabbits. *J Biomed Mater Res* 1995;29:1223-31.

16. Baier RE, Meyer AE. Implant surface preparation. *Int J Oral Maxillofac Implant* 1988;3:9-20.

17. Grippaudo G, Lucchetti MC, Chiacchierini E. *Introduzione ai Materiali Dentari. Parte 1*. Roma: Edizioni Kappa, 1983; p. 121-59.

18. Jack EL, Dietsch-Misch F. Biomateriali per gli impianti dentali. In: Misch CE. *L'Odontoiatria Implantare Contemporanea*. 2<sup>nd</sup> ed. Roma: Antonio Delfino Editore, 2000; p. 271-96.

19. Wieland M, Sitting C, Brunette DM, Textor M, Spencer ND. Measurement and evaluation of the chemical composition and topography of titanium implant surfaces. In: Davies JE. *Bone Engineering*. Toronto: Em Squared Inc, 2000; p. 163-84.

Mirko Andreasi Bassi  
via Lucio Elio Seiano 15  
00174 Roma  
tel. 06 7480736  
m.andreasi@tiscali.it