

Aplicación del *shot peening* en implantes dentales de titanio para la mejora de la osteointegración

C. Aparicio^(*), F.J. Gil^(*), A. Padrós^(**), C. Peraire^(***) y J.A. Planell^(*)

Resumen Con el propósito de optimizar la fijación entre el implante y el hueso, se han realizado tratamientos de *shot peening* con distintos tipos de partículas de proyección: TiO₂, Al₂O₃ y SiC. La rugosidad superficial obtenida será colonizada por hueso neoformado que producirá un anclaje implante-hueso. Para valorar la influencia que cada tipo de material abrasivo tiene en la colonización del hueso sobre las superficies tratadas, se han realizado ensayos *in vitro* de cultivos osteoblásticos. El *shot peening* se ha llevado a cabo en discos de titanio comercialmente puro, sobre los que se ha caracterizado cuantitativa y cualitativamente la rugosidad después del tratamiento; así como la contaminación de la superficie por las partículas. También se ha determinado el tamaño de las partículas, antes y después del tratamiento, para valorar sus porcentajes de rotura. Finalmente, se ha propuesto un proceso de fabricación de partículas de TiO₂ por sinterización en el laboratorio. La fabricación ha sido necesaria debido a la imposibilidad de encontrar en el mercado este tipo de partículas.

Palabras clave: *Shot peening*. Titanio. Osteointegración. Implante dental. Rugosidad superficial.

Osseointegration improvement by shot peening in titanium dental implants

Abstract In order to optimize the implant-bone fixation, different shot peening treatments with different shot particles (TiO₂, Al₂O₃, SiC) have been made. The influence that each type of shot particle has in the bone colonization on the different treatment surfaces has been determined by means of osteoblast-like cells culture. Commercially pure titanium discs have been shot peened. Their qualitative and quantitative surface roughness have been characterized; as well as their surface contamination caused by the shot particles. Particle size has also been determined, before and after the treatment, in order to evaluate their breaking averages. Finally, a TiO₂ shot particles manufacture process by sintering has been developed. The manufacture has been necessary since this type of shot particles are not available in the market with the adequate size.

Keywords: *Shot peening*. Titanium. Osseointegration. Dental implant. Surface roughness.

1. INTRODUCCIÓN

La rugosidad superficial es una variable que influye de forma determinante en el buen comportamiento del implante dental de titanio comercialmente puro (Ti c.p.), tanto a corto como a largo plazo. En este sentido, se han realizado estudios *in*

vivo que demuestran que una cierta rugosidad superficial mejora la fijación del implante al hueso (1-3). Por otra parte, estudios *in vitro* han puesto de manifiesto que la diferenciación y proliferación osteoblástica, así como la producción de matriz ósea, también resultan influidas positivamente por el aumento de la rugosidad de la superficie (4-6).

Un procedimiento ya estudiado y utilizado para incrementar la rugosidad en la superficie de los implantes dentales es el *shot peening*. Este procedimiento, que consiste en proyectar partículas de elevada dureza a gran velocidad y presión sobre la superficie del implante, es adecuado porque, además de dar rugosidad superficial, elimina posibles

(*) Dpto. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. E.T.S.I.I. Univ. Politécnica de Cataluña. Diagonal 647; 08028-Barcelona (España).

(**) Clínica Pad, Barcelona (España).

(***) C.I.D.A.S.A.L. Centro de Investigación y Desarrollo Aplicado S.A.L. Santa Perpètua de Mogoda. Barcelona (España).

defectos del mecanizado de la pieza; limpia la superficie de contaminantes; aumenta la vida a fatiga del implante, debido al aumento de la tensión compresiva en la superficie, y aumenta su resistencia a la corrosión bajo tensión (7).

Una de las variables más importantes del *shot peening* es la naturaleza de las partículas utilizadas para ser proyectadas contra la superficie del metal a tratar. En primer lugar, esta importancia viene determinada por el hecho de que, después del tratamiento superficial, limpieza, pasivado y esterilización del implante, siempre quedan restos de partículas procedentes del *shot peening* que, con posterioridad a la implantación, pueden desprenderse y pasar a los tejidos circundantes. Para evitar esta contaminación, se puede, por ejemplo, proyectar partículas de la misma composición química que la superficie del implante, es decir, TiO_2 . También se pueden buscar otras naturalezas que influyan menos negativamente o que presenten la posibilidad de eliminarse de la superficie del implante con más facilidad.

Por otro lado, la naturaleza de la partícula es también relevante por la capacidad que cada una tiene para realizar el trabajo mecánico necesario para conseguir la rugosidad deseada.

Además, desde un punto de vista de costes de fabricación, que las partículas utilizadas se rompan más o menos, tiene una gran influencia, hecho que también es importante desde un punto de vista técnico, ya que, si se rompen menos, va a mejorar la homogeneidad en la rugosidad de la superficie.

Por estos motivos, se hace necesario investigar la influencia que el tipo de partículas va a tener sobre la respuesta de los implantes dentales de Ti c.p.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Preparación de los discos

Los discos objeto de estudio tienen 6 mm de diámetro y son de Ti c.p. Se les ha realizado un tratamiento superficial de *shot peening*, con una presión de chorro de 0,25 MPa, durante 5 s.

Se han preparado distintos grupos de discos en función del tipo de partícula de proyección: Al_2O_3 , TiO_2 y SiC. En todos los casos, se han utilizado partículas de gran tamaño (425-600 μm). Todos los discos se han pasivado con HCl y esterilizado con óxido de metileno.

2.2. Sinterización de óxido de titanio

Se han sinterizado, en un horno de mufla, un total de 1.800 g de polvo de TiO_2 (fase rutilo) químicamente puro, con la siguiente operativa:

- Se llenan 9 crisoles de alúmina con 200 g de polvo de TiO_2 cada uno.
- Se comprime el polvo dentro del crisol con ayuda de una maza.
- Dos a dos, los crisoles se introducen en el horno a 600 °C.
- Se sube la temperatura hasta 1.000 °C, y se mantiene durante 13 h.
- Transcurrido dicho tiempo, se extraen los crisoles y se dejan enfriar al aire desde 1.000 °C.

De cada crisol se ha obtenido un bloque sinterizado de óxido de titanio. Para obtener las partículas definitivas, cada bloque se ha disgregado hasta tamaños reducidos de aproximadamente 30 g y estos se han triturado con maza y mortero. El producto triturado se ha cribado con tamices normalizados hasta conseguir partículas del tamaño deseado.

2.3. Tamaño de partícula

El ensayo de determinación del tamaño de partícula se ha realizado para una muestra de cada uno de los tipos de partícula (Al_2O_3 , TiO_2 y SiC); antes (sin usar) y después (usado) del tratamiento de *shot peening*.

La determinación del tamaño de partícula se ha llevado a cabo por el método de difracción de rayos láser.

2.4. Rugosidad

Los ensayos de rugosidad superficial sobre los discos tratados se han realizado con un rugosímetro para medidas bidimensionales, con palpador de diamante de forma cónica (90 °) con 5 μm de diámetro en la punta, de una resolución mínima de 0,1 μm . Los valores numéricos de los diferentes parámetros de rugosidad superficial, se calcularon con un *software* adecuado adaptado al rugosímetro.

Se han analizado 5 discos de cada uno de los tipos implantados, realizándose 3 lecturas de rugosidad para cada uno. Para cada una de las lecturas, se ha tomado una longitud de muestra de 0,8 mm, analizándose 3 muestras, es decir, la longitud total de ensayo para cada lectura ha sido de 2,4 mm (0,8 mm \times 3). Además, se ha ensayado con un *pretravel*-avance del palpador previo a la determinación del perfil, que tiene por objeto estabilizar la posición del disco antes de iniciar la lectura- de 0,4 mm.

Se ha utilizado un filtro Gaussiano con longitud de corte igual a la longitud de muestra, 0,8 mm. Así, partiendo del perfil que detecta el rugosímetro, se filtran las longitudes de onda superiores a la de corte, obteniendo como resultado el perfil de rugosidad R , a partir del cual se calculan los parámetros.

Los parámetros obtenidos en cada lectura han sido:

Ra (Media aritmética de las desviaciones del perfil). Es la media aritmética del valor absoluto de las distancias desde la línea media al perfil *R* 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. *Ra* se calcula en micrómetros y es el parámetro más general y comúnmente utilizado para describir la rugosidad.

Ry (Máxima altura del perfil). Es un valor extremo, y describe la distancia entre la altura del máximo pico y la profundidad del mayor valle, dentro de la longitud de muestra.

Rz (Altura de diez puntos irregulares). Es el valor medio, en micrómetros, del valor absoluto de los cinco picos más altos, más el valor medio del valor absoluto de los cinco valles más profundos, dentro de la longitud de muestra. Este parámetro es sensible a los cambios pronunciados en las características topográficas.

Las imágenes de la superficie de los discos, para realizar análisis cualitativos sobre el aspecto rugoso de las muestras, se han obtenido con ayuda de un microscopio electrónico de barrido.

2.5. Composición superficial

Para analizar la composición superficial y, por lo tanto, la posible contaminación de la superficie de los discos por las partículas del *shot peening*, se ha utilizado un analizador de dispersión de energías de rayos X, "Analytical LZ-5 (Link, R.U.)". Se ha analizado la cantidad porcentual atómica de los elementos más significativos para cada muestra, con ensayos de 100 s y 20 kV de energía del haz de rayos X.

2.6. Estudios osteoblásticos

Se distribuyeron los discos de titanio en diferentes placas estériles y se sembraron con una suspensión celular de 12.100 células/cm² y se incubaron a 37 °C en una atmósfera húmeda, que contenía 5,5 % de CO₂. Como control negativo se utilizaron discos de poliestireno.

Al cabo de 24 h, a la mitad de las muestras (Grupo A) se les cambió el medio de cultivo por 200 µL de medio IMDM + 3% de suero delipidado con carbono activo con vitamina K₁ y vitamina C. El resto de muestras (Grupo B) recibieron el mismo

medio, pero con vitamina D, lo que produce la inducción de osteocalcina. Tras 72 h de incubación se recolectó el medio de cultivo de cada una de las muestras en tubos Eppendorf. Se tripsinizaron los cultivos y se realizó un recuento celular; para ello, se determinaron 5 campos en cada muestra y se obtuvo el valor medio. Se determinaron los niveles de osteocalcina para cada una de ellas.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Sinterización de óxido de titanio

El proceso de fabricación de partículas por sinterización de polvo de TiO₂, ofreció el siguiente resultado: de cada 1.800 g de polvo introducidos en el horno, se obtuvieron aproximadamente 200 g de partículas con el tamaño deseado. Esto significa un rendimiento en peso muy pobre, de sólo un 11 %.

A este bajo rendimiento, se añade lo laborioso del proceso y, sobre todo, las pobres características mecánicas que han demostrado estas partículas, como ponen de manifiesto los ensayos de rotura de partícula y de rugosidad superficial que más adelante se analizan.

3.2. Rotura de partícula

En la tabla I se muestran los porcentajes de rotura de partícula, calculados a partir de las medidas de diámetro medio antes y después de ser usadas en el proceso de *shot peening*.

A la vista de los resultados se aprecia que las partículas que más se rompen son las de óxido de titanio, más del doble que las de carburo de silicio y casi siete veces más que las de alúmina. Esto refuerza los comentarios anteriores y aporta un dato significativo: las partículas de carburo de silicio son más frágiles que las de óxido de aluminio; hecho importante desde el punto de vista de la optimización del proceso de *shot peening*.

TABLA I.- % de rotura de los tres tipos de partículas utilizados para realizar el *shot peening*, sobre discos de Ti c.p.

TABLE I.- % of breaking of the three types of particles used on c.p. Ti peened discs

Tipo de partícula	% de rotura $\left(\left(1 - \frac{\text{usado}}{\text{sin usar}} \right) \cdot 100 \right)$
Al ₂ O ₃	3,67
SiC	12,25
TiO ₂	25,06

3.3. Rugosidad

Ra es el parámetro que se emplea habitualmente para valorar el efecto de la rugosidad de la superficie de los implantes en la respuesta biológica y funcional de los mismos; por este motivo, los análisis de comparación entre los distintos tratamientos se describen y se caracterizan con él. El resto de los parámetros no han aportado diferencias en las conclusiones obtenidas con Ra .

Los valores de la tabla II demuestran que la rugosidad superficial obtenida en los discos realizando el *shot peening* con TiO_2 ($Ra = 0,54 \mu m$) es claramente inferior a la obtenida trabajando con Al_2O_3 ($Ra = 4,42 \mu m$) y con SiC-HCl ($Ra = 5,00 \mu m$). Este resultado es contradictorio con otros trabajos en los que se ha utilizado el TiO_2 como material de proyección en el *shot peening* (8-10). Es de reseñar que, en estos trabajos, los tamaños de partícula utilizados han sido mucho más pequeños que los del presente estudio. Es evidente, pues, que el método de fabricación, por sinterización, de partículas de TiO_2 que se ha llevado a cabo en el presente estudio, no es adecuado para su utilización como material de proyección en el *shot peening*.

Por otra parte, se observa que la diferencia entre la rugosidad superficial conseguida con Al_2O_3 y SiC es significativa (p -valor = 0,0058), como se observa en la tabla III, aunque sólo ligeramente: $\Delta Ra = 0,6 \mu m$. Este hecho puede deberse a una

mayor dureza de las partículas de SiC, conclusión que se vería reforzada por su mayor fragilidad, puesta de manifiesto en los ensayos de rotura de partícula. Sin embargo, también cabe señalar que puede deberse a diferencias en la forma de las partículas, variable no controlada en el presente estudio.

Las imágenes, obtenidas con microscopio electrónico de barrido, de la superficie de los discos tratados con TiO_2 (Fig. 1); con Al_2O_3 (Fig. 2); y con

TABLE II: Surface roughness characterization of c.p. Ti discs as a function of the shot particles used in shot peening treatment. (D.E. = Standard Deviation). Ra : arithmetical mean deviation of the profile. Rz : mean-square-root deviation of the profile. Rq : ten point height of irregularities

	Sin shot peening	TiO_2	Al_2O_3	SiC
Ra (μm)	0,331	0,540	4,423	4,995
media	0,112	0,109	0,356	0,631
DE				
Rz (μm)	1,709	2,961	17,191	18,532
media	0,587	0,617	0,678	2,116
DE				
Ry (μm)	3,063	4,713	26,167	29,406
media	1,047	1,539	3,278	3,559
DE				

TABLE III: p-values of the surface roughness mean comparisons (Ra), on c.p. Ti discs, obtained with different shot peening treatments as a function of the shot particle type used. The p-values have been obtained by t-Student tests. Difference between the means are statistically significant when p-value is equal or less than 0,05

Comparación de medias	p-valor	Significatividad
SiC vs Al_2O_3	0,0058	SÍ
Al_2O_3 vs TiO_2	0,0000	SÍ
SiC vs TiO_2	0,0000	SÍ
TiO_2 vs Sin tratamiento	0,0000	SÍ

Las imágenes, obtenidas con microscopio electrónico de barrido, de la superficie de los discos tratados con TiO_2 (Fig. 1); con Al_2O_3 (Fig. 2); y con

mayor dureza de las partículas de SiC, conclusión que se vería reforzada por su mayor fragilidad, puesta de manifiesto en los ensayos de rotura de partícula. Sin embargo, también cabe señalar que puede deberse a diferencias en la forma de las partículas, variable no controlada en el presente estudio.

Las imágenes, obtenidas con microscopio electrónico de barrido, de la superficie de los discos tratados con TiO_2 (Fig. 1); con Al_2O_3 (Fig. 2); y con

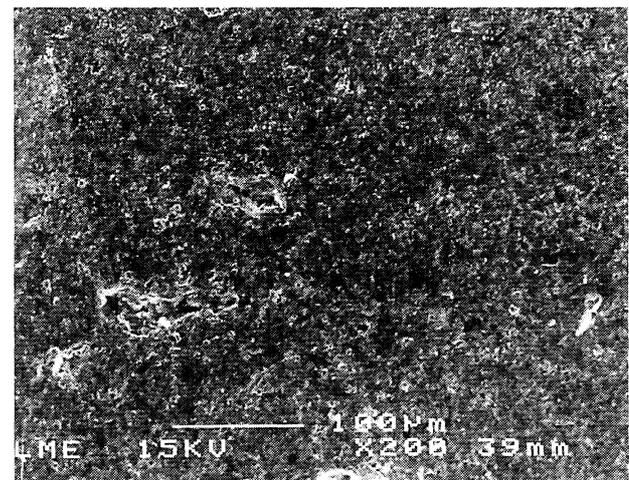


FIG. 1.- Micrografía de la superficie de un disco de Ti c.p. tratado con *shot peening* con partículas de proyección de TiO_2 ($\times 200$).

FIG. 1.- Micrograph of the surface of a c.p. Ti disc treated by shot peening with TiO_2 shot particles ($\times 200$).

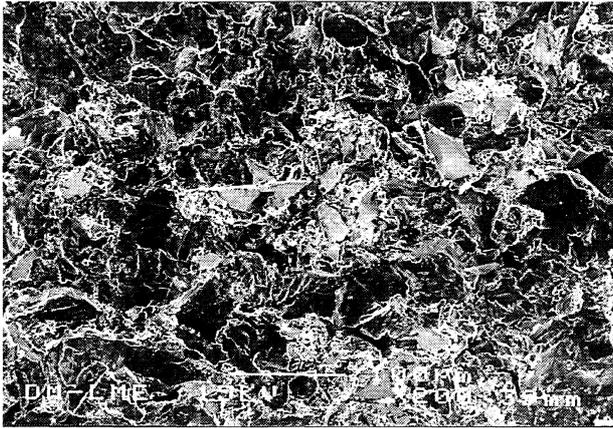


FIG. 2.- Micrografía de la superficie de un disco de Ti c.p. tratado con *shot peening* con partículas de proyección de Al_2O_3 ($\times 200$).

FIG. 2.- Micrograph of the surface of a c.p. Ti disc treated by shot peening with Al_2O_3 shot particles ($\times 200$).

SiC (Fig. 3) refuerzan todos estos resultados. También, en las micrografías, se ven con claridad las partículas procedentes del *shot peening* que han quedado incrustadas en la superficie de los discos.

3.4. Composición superficial

Los resultados obtenidos con el microanálisis de dispersión de energías de rayos X han demostrado que el tratamiento con TiO_2 no ha contaminado la superficie del implante con elementos ajenos, como era de esperar. Desde este punto de vista, sigue siendo importante valorar la posibilidad de conse-

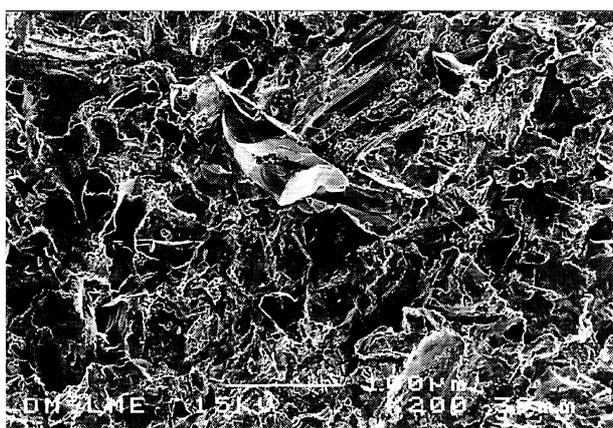


FIG. 3.- Micrografía de la superficie de un disco de Ti c.p. tratado con *shot peening* con partículas de proyección de SiC ($\times 200$).

FIG. 3.- Micrograph of the surface of a c.p. Ti disc treated by shot peening with SiC shot particles ($\times 200$).

guir el óxido por otras vías para poder realizar el tratamiento del *shot peening* de forma mecánicamente eficaz.

Por otra parte, no ha habido diferencias significativas entre los porcentajes atómicos de aluminio (22 % para el tratamiento con Al_2O_3) y silicio (30% para el tratamiento con SiC) encontrados en la superficie de los discos. Por lo que el siguiente paso es valorar la influencia que estos restos van a tener en el crecimiento de las células óseas sobre el Ti c.p.

3.5. Crecimiento osteoblástico

Ninguno de los materiales presentó signos de citotoxicidad, siendo todos los porcentajes inferiores al 25 %. En la tabla IV se muestran los recuentos de células osteoblásticas -precursoras de hueso en cada una de las superficies. Se puede apreciar que las superficies tratadas con Al_2O_3 son sobre las que proliferan mayor cantidad de células osteoblásticas, a pesar de que tienen menor rugosidad que las tratadas con SiC. Por tanto, en principio, serán sobre las que más rápida fijación implante-hueso cabrá esperar, debido a un posible efecto de estimulación de la reparación del tejido óseo por parte de las partículas de Al_2O_3 que quedan adheridas en la superficie.

Además, el grupo de las tratadas con Al_2O_3 , permite una óptima adherencia celular, estadísticamente significativa respecto al resto de tratamientos (p-valor < 0,05, test de Newman-Keuls). Los

TABLE IV: Recuento celular, expresado en número de cél/0,01 cm^2 , para cada una de las superficies de titanio tratadas con diferentes partículas de proyección. El valor para Al_2O_3 es estadísticamente significativo con respecto al resto de tratamientos para ambos grupos (p-valor < 0,05, ensayo Newman-Keuls). GRUPO A: cultivo con vitaminas K_1 y C. GRUPO B: cultivo con vitaminas K_1 , C y D

TABLE IV: Cell count, in /0,01 cm^2 , on each titanium treated surfaces with different shot particles. The value of Al_2O_3 is statistically significant in relation to the rest of treatments in both groupes (p-value<0,05, Newman-Keuls test). GROUP A: culture with vitamins K_1 and C. GROUP B: culture with vitamins K_1 , C and D

Naturaleza de las partículas	GRUPO A *	GRUPO B
Al_2O_3	52,80	50,07
SiC	29,67	27,40
TiO_2	20,93	28,20
Sin tratamiento	21,00	17,33

osteoblastos presentan una morfología típica de superficies reactivas, lo cual indica junto a los elevados índices de osteocalcina que las células están activas y dispuestas a pasar a estados más diferenciados.

4. CONCLUSIONES

El proceso de fabricación de partículas de TiO₂ por sinterización que se ha propuesto no es adecuado, ya que las partículas obtenidas carecen de las propiedades mecánicas necesarias para su utilización en el *shot peening*.

Con la utilización de SiC como partícula de proyección en el proceso de *shot peening* sobre Ti c.p., se obtiene una rugosidad superficial mayor –aprox. $\Delta Ra = 0,6$ – que si se utiliza como partícula de proyección el Al₂O₃, ambos tipos con tamaños grandes de partícula (425-600 μm).

Desde el punto de vista de los costes del proceso, la utilización de las partículas de Al₂O₃ es la óptima de las tres utilizadas en este estudio, ya que poseen un porcentaje de rotura inferior.

Los estudios osteoblásticos otorgan a las superficies tratadas con Al₂O₃ el mayor crecimiento osteoblástico en la superficie del metal, lo que en principio se traducirá en una mayor y más rápida fijación entre el implante y el hueso.

Agradecimiento

Los autores desean agradecer a la empresa Klockner S.A. y a D. Guillermo Nussbaum y D.

Agustín García, de la empresa Materias Primas Abrasivas S.L., la donación del material y equipos con los que se ha llevado a cabo la presente investigación, así como sus comentarios tan valiosos para el desarrollo de este trabajo.

REFERENCIAS

- (1) PREDECKI, P., STEPHAN, J.E., AUSLAENDER, B.A., MOONEY, V.L. y KIRKLAND, K. *J. Biomed. Mater. Res.* 6, 1972: 375-400.
- (2) BUSER, D., SCHENK, R.K., STEINEMANN, S., FIORELINI, J.P., FOX, C.H. y STICH, H. *J. Biomed. Mater. Res.* 25, 1991: 889-902.
- (3) JOHANSSON, C.B., WENNEBERG, A., HAN, C-H. y ALBREKTSSON, T. Proc. 5th World Biomaterials Cong. Canadian Biomaterials Soc. Toronto (Canadá) 1996: 478.
- (4) BOWERS, K.T., KELLER, J.C. y MICHAELS, C.M. *Int. J. Oral Maxillofac Implants* 7, 1992: 302.
- (5) GROESSNER-SCHREIBER, B. y TUAN, R.S. *J. Cell Sci.*, 101, 1992: 209.
- (6) MARTIN, J.Y., SCHWARTZ, Z., HUMMERT, T.W., SCHRAUB, D.M., SIMPSON, J., LANKFORD, Jr J., DEAN, D.D., COCHRAN, D.L. y BOYAN, B.D. *J. Biomed. Res.* 29, 1995: 389-401.
- (7) OSHIDA, Y., SACHDEVA, R., MIYAZAKI, S. y DALY, J. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 4, 1993: 443-447.
- (8) WENNEBERG, A., ALBREKTSSON, T. y ANDERSSON, B. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 6, 1995: 302-309.
- (9) WENNEBERG, A. y ALBREKTSSON, T. Proc. 5th World Biomaterials Cong. Canadian Biomaterials Soc. Toronto (Canadá) 1996: 459.
- (10) WENNEBERG, A., ALBREKTSSON, T., JOHANSSON, C. y ANDERSSON, B. *Biomaterials*, 17, 1996: 15-22.