

CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL Y TRANSVERSAL DE IMPLANTES DENTALES DE TITANIO BLASTINIZADOS Y ANODIZADOS POR PLASMA QUÍMICO

Adriana Lemos¹, Agustín Cerliani¹, Kyung Kang¹, Dolores Pereda¹, Juan Echarri¹, Carlos Llorente^{1,2}, Pablo Bilmes¹, Nicolás Scarano³

1-Laboratorio de Investigaciones de Metalurgia Física (LIMF), Facultad de Ingeniería, Calle 1 y 47, La Plata, Argentina adriana.barboza@ing.unlp.edu.ar

2- Comisión de Investigaciones Científicas de la Provincia de Buenos Aires – CICPBA

3- Kinetical SRL Insumos Médicos. www.kntmedical.com

Palabras clave: Titanio c.p., Blastinizado, Anodizado por Plasma Químico, Microdureza, Ensayo de adhesión, Parámetros de Rugosidad.

Resumen

Los implantes de Ti c.p. comprendidos en la norma ASTM F67-06 tienen una extensa aplicación como biomateriales debido a que combinan elevada biocompatibilidad y resistencia a la corrosión superiores a los aceros inoxidable. Teniendo en cuenta que la respuesta biológica se encuentra estrechamente relacionada con las propiedades superficiales, una de las actividades más importantes en el estudio de los implantes se encuentra enfocada al uso de modificaciones superficiales. En el presente trabajo se realizaron estudios de rugosidad, adherencia y microdureza Vickers de implantes dentales de Ti c.p. sometidas a los tratamientos de blastinizado y blastinizado con un posterior anodizado por plasma químico. Estas superficies se compararon con superficies con el mismo tratamiento de anodizado pero sin la aplicación de un blastinizado anterior. Los resultados obtenidos indican que la aplicación previa del blastinizado mejora la adherencia del recubrimiento generado en el anodizado por plasma químico aunque la rugosidad no cambia significativamente. También se encontró que se generan variaciones, en la rugosidad y la adherencia del recubrimiento, por el consumo de los elementos utilizados para la realización de los tratamientos superficiales.

1. Introducción

Existen diferentes métodos y procedimientos de tratamientos superficiales que se aplican en los biomateriales, incluso en función de las aplicaciones particulares de los mismos, tal como los materiales utilizados para odontología. La biofuncionalidad de los implantes está gobernada por las propiedades de volumen pero la interacción con el medio biológico está determinada por las características de las capas superficiales que se formen. En consecuencia, los estudios se han enfocado en el desarrollo de tratamientos y/o recubrimientos para obtener propiedades superficiales que incrementen la biocompatibilidad de los implantes. Por lo tanto, para conocer la aptitud de estos biomateriales resulta necesario caracterizar las capas superficiales formadas en cuanto a composición química, micro y/o nanoestructuras, rugosidades, espesores de capa, entre otros.

Varios autores han puesto de manifiesto que la rugosidad superficial afecta la velocidad de osteointegración y produce una mejor fijación biomecánica que la correspondiente a superficies lisas [1-3]. Entre los tratamientos superficiales utilizados para incrementar la rugosidad de los implantes de titanio se encuentran el blastinado y el anodizado por plasma químico.

En el tratamiento de blastinado se utilizan pequeñas partículas abrasivas propulsadas por una corriente de aire que impactan en la superficie, a una presión y tiempos determinados. La magnitud de la modificación superficial depende de los parámetros de proceso: tamaño, composición y forma de la partícula, presión y tiempo de blastinado [4]. En general, en el blastinado de los implantes de titanio, se utilizan partículas de óxido de titanio (TiO_2), sílice (SiO_2) y alúmina (Al_2O_3) de distintos tamaños y formas [1-3]. El mayor inconveniente que genera el uso de estas partículas es que una gran cantidad de las mismas permanecen adheridas a la superficie luego del tratamiento y limpieza del implante. Algunos estudios han demostrado que la liberación de estas partículas no biocompatibles provocan una reacción adversa en el huésped [5]. Por esta razón, se han empezado a utilizar partículas biocompatibles, que contienen calcio y fósforo, que no comprometen la interacción del implante con el tejido.

Al mismo tiempo, el blastinado genera severas modificaciones en la superficie y en la sub-superficie [4]. Las modificaciones podrían ser de naturaleza química [6], relacionadas con la microestructura (como el refinamiento de grano [7-8]) o asociadas con las propiedades mecánicas como dureza o tensiones residuales de compresión [7-11].

Por otro lado, el tratamiento de anodizado por plasma químico (APQ), también conocido como proceso MAO (*micro-arc oxidation*), genera un recubrimiento bioactivo de tipo cerámico que posee una elevada microdureza, adhesión al metal base y mayor resistencia al desgaste [12]. La bioactividad se define como la propiedad que provoca una respuesta biológica específica en la interfaz de un material, que resulta en la formación de un enlace entre el tejido y el material [13]. Este proceso se basa en la ruptura dieléctrica de una capa de óxido aislante en la superficie de un ánodo metálico en contacto con un electrolito adecuado. Durante el proceso aparecen chispas en la superficie del ánodo y desprendimiento de gas en forma de burbujas. El recubrimiento obtenido, que se compone de elementos del ánodo metálico y del electrolito, es una capa de óxido de titanio porosa, rugosa y firmemente adherida a la superficie [14]. Estas características topográficas y composicionales dependen de los parámetros del tratamiento de anodizado, como la composición del electrolito, densidad de corriente o voltaje aplicado y tiempo.

No se ha encontrado en la literatura trabajos donde se caractericen las superficies resultantes de la aplicación de un tratamiento de blastinado con partículas biocompatibles con un posterior anodizado por plasma químico.

De acuerdo a lo anterior, resulta de interés evaluar y comparar las variaciones en los parámetros de rugosidad, el endurecimiento superficial y la adherencia del recubrimiento bioactivo en implantes de Ti c.p. donde, por un lado, se aplicó un blastinado previo al tratamiento APQ y, por el otro, se efectuó el anodizado partiendo de superficies mecanizadas. Además, se estudiaron las variaciones en las características superficiales que se generan por el consumo de los elementos utilizados para la realización de los tratamientos superficiales.

2. Procedimiento Experimental

Se utilizó como material de estudio Ti c.p. ASTM Grado 4 (0.0039% N, 0.0112% C, 0.11% Fe, 0.24% O, 0.00% H, Ti BAL). Las muestras, donde las condiciones de partida fueron superficies mecanizadas, se sometieron a un tratamiento de blastinado durante 2 minutos con partículas angulares de fosfato de calcio de $262 \pm 41 \mu\text{m}$ de tamaño a 6 bar de presión. El tamaño de las partículas de blastinado luego de 10 hs de uso disminuye a $160 \pm 30 \mu\text{m}$. A continuación, dichas muestras fueron anodizadas por medio de un plasma químico en una solución electrolítica a base de fosfato de calcio anhidro (CaHPO_4) y acetato de calcio ($\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$). Los tratamientos fueron realizados por una empresa fabricante de implantes (Kinetical SRL). En la Tabla 1 se indica la nomenclatura utilizada en este trabajo para los diferentes tratamientos.

Las micrografías se obtuvieron con un microscopio electrónico de barrido (MEB) ambiental FEI Quanta 200, instalado en el Laboratorio de Investigaciones de Metalurgia Física (LIMF).

La caracterización topográfica se realizó con el MEB operado a un potencial de 20 kV en modo Alto Vacío, a través de la técnica estereometría [15-16]. Se tomaron pares estéreos en seis diferentes regiones de las muestras (116x116 μm^2 de área), y se procesaron para la obtención del conjunto de parámetros de rugosidad con el programa EZEImage [15].

El comportamiento mecánico se evaluó a partir de ensayos de microdureza Vickers y ensayos de adhesión. Las medidas de microdureza Vickers se realizaron utilizando un microdurómetro Future Tech FM-700, en secciones transversales con una carga de 10 gf durante 10 segundos (tiempo de carga) según ASTM E 384-89. La adhesión se evaluó mediante indentación Rockwell C según VDI 3198 [17]; utilizando un durómetro BSG DL 171 y un penetrador cónico de diamante con una punta de 200 μm de diámetro. La norma define la calidad de adhesión en una escala que va desde HF1 a HF6. En general, HF1-HF4 define una adherencia suficiente del recubrimiento al sustrato, mientras que HF5 y HF6 representa una adherencia insuficiente [17].

Tabla 1. Nomenclatura de los diferentes tratamientos superficiales utilizados

Muestra	Tratamiento Superficial
PM	Pulido mecánico con pasta de alúmina de 0.3 μm
Ba	Blastinado con partículas de Fosfato de Calcio nuevas.
Bb	Blastinado con partículas de Fosfato de Calcio luego de 10 horas de uso
MAPQa	Mecanizado y Anodizado por Plasma Químico preparadas con blasting nuevo y con electrolito sin uso.
MAPQb	Mecanizado y Anodizado por Plasma Químico preparadas con electrolito previamente utilizado para preparar 324.000 mm ² de superficies de Ti.
BAPQa	Blastinado y Anodizado por Plasma Químico preparadas con blasting nuevo y con electrolito sin uso.
BAPQb	Blastinado y Anodizado por Plasma Químico preparadas con blasting usado y con electrolito previamente utilizado para preparar 324.000 mm ² de superficies de Ti.

3. Resultados y Discusión

3.1. Caracterización Topográfica

La caracterización de la topografía sigue siendo, en la actualidad, un gran tema de debate porque existe una gran cantidad de parámetros que describen la rugosidad superficial. Estos parámetros, a su vez, se encuentran clasificados en diferentes grupos (amplitud, funcionales, híbridos, entre otros) según el tipo de información que se puede obtener de ellos. Sin embargo, como es difícil utilizar e interpretar muchos de ellos, es preferible recurrir a unos pocos pero con una mayor relevancia. La correcta elección de los parámetros más significativos dependerá de las características del tratamiento superficial utilizado y del objetivo del estudio realizado [2-3].

La Tabla 2 muestra los parámetros comúnmente utilizados y su significado, los cuales son provistos por el programa EZEImage. Excepto Sigma y Sa, todos se calculan a partir de las alturas relativas al plano medio de cuadrados mínimos.

Tabla 2: Parámetros utilizados comúnmente en las medidas de rugosidad, provistos por el programa EZEImage.

Parámetro	Descripción
Sigma	Raíz cuadrada de la desviación cuadrática media de la topografía de la superficie (alturas relativas al plano que contiene al eje de inclinación de la muestra)
Sq	Raíz cuadrada de la desviación cuadrática media de la topografía de la superficie
Sa	Desviación media aritmética de la topografía de la superficie (alturas relativas al plano que contiene al eje de inclinación de la muestra)
Ssk	Asimetría (Skewness) de la distribución de alturas de la topografía
Sku	Curtosis (Kurtosis) de la distribución de alturas de la topografía
Sz	Diez-puntos (Ten-point) de la topografía de la superficie (diferencia de altura entre el promedio de los cinco puntos de mayor altura y los cinco puntos de menor altura)
Sbi	Índice de contacto de la superficie
Sci	Índice de retención de líquido en el centro o núcleo
Svi	Índice de retención de líquido en el valle

El parámetro Sa (Ra en el caso unidimensional) fue el más utilizado en el pasado y aún hoy, para describir rugosidad de superficies. No obstante, debe destacarse que el uso de este único parámetro no siempre permite realizar una buena caracterización de la topografía [2].

En este trabajo se analizó el comportamiento de los parámetros de amplitud Sq, Sa, Sz, Sku y Ssk, y de los parámetros funcionales Sbi, Sci y Svi. Los parámetros de amplitud proveen información de la geometría superficial y los parámetros funcionales describen características de requerimientos para aplicaciones específicas, como retención de fluido, desgaste, lubricación, entre otros [18].

Sa y Sq proveen características estadísticas de alturas de la superficie y son útiles para detectar variaciones en la altura de la superficie general. Sz describe características de altura máxima de la superficie y se calcula mediante el promedio de los cinco puntos de mayor altura y los cinco puntos de menor altura. Ssk y Sku establecen la forma de la distribución de alturas de la superficie. Para una superficie con topografía simétrica, denominada gaussiana, el valor de Ssk es cero. En el caso de una superficie con preponderancia de picos o crestas, el valor de Ssk tiende a ser positivo y en el caso de un predominio de valles o huecos, el valor tiende a ser negativo. Un gran nivel de asimetría se refleja en un mayor valor absoluto de este último parámetro. Sku caracteriza la extensión de la distribución de las alturas, en el caso de una superficie gaussiana el valor es cercano a 3. Un valor mayor a 3 indica una distribución más centrada y un valor menor a 3 indica una distribución más dispersa de las alturas. Es importante resaltar que los valores de los parámetros Sku y Ssk dependen del tamaño del área analizada y su posición dentro de la muestra. Por esta razón, generalmente presentan errores grandes y debería tenerse en cuenta en el estudio de superficies que presentan inhomogeneidades como el blastinado.

Los parámetros de amplitud proveen una descripción general de la topografía y es importante combinarlos con el conjunto de parámetros funcionales, ya que éstos describen características relevantes para una determinada aplicación. Los parámetros Sbi, Sci y Svi son índices que se emplean para establecer características cualitativas de las formas y discriminar diferentes tipos de topografías porque son más fáciles de interpretar y comparar entre distintos tipos de superficies y procesos de manufactura. Estos parámetros se originan de dividir las alturas de la superficie en tres zonas (zona de pico, zona del núcleo y zona del valle) y posteriormente se realiza un cálculo de volúmenes basados en las zonas. La distribución de altura es representada gráficamente en una curva, denominada curva de *bearing*, de alturas normalizadas (con Sq) en función de la proporción de área de *bearing* (0-100%). El área de *bearing* es la proporción de área de superficie de contacto plana, que se obtiene truncando los picos por un plano paralelo al plano medio de cuadrados mínimos, a un determinado nivel de seccionado. Las tres zonas (pico, núcleo y valle) son obtenidas dibujando dos líneas horizontales en el gráfico, cuya intersección con la curva sea a 5 y 80% de la proporción del área de *bearing*, respectivamente [18].

En la Tabla 3 se muestran los valores obtenidos para los parámetros de rugosidad estudiados en las distintas muestras. El parámetro Sq provee prácticamente la misma información que Sa y presentan la misma tendencia. Por este motivo, en este trabajo se estudió sólo el comportamiento de Sa en las distintas muestras. En las Figuras 1-4 se pueden observar imágenes MEB y gráficos de algunos de los parámetros de las muestras Ba, Bb, BAPQa y MAPQa.

Tabla 3: Parámetros de rugosidad obtenidos con MEB-EZEImage.

Parámetro	Ba	Bb	MAPQa	BAPQa
Sq (µm)	1,798 ± 0,114	1,385 ± 0,160	1,546 ± 0,156	1,369 ± 0,045
Sa (µm)	1,394 ± 0,071	1,087 ± 0,121	1,260 ± 0,139	1,090 ± 0,038
Ssk	-0,351 ± 0,144	-0,172 ± 0,072	0,082 ± 0,142	-0,218 ± 0,083
Sku	3,803 ± 0,634	3,508 ± 0,179	2,816 ± 0,188	3,132 ± 0,064
Sz (µm)	13,133 ± 1,431	11,606 ± 0,989	10,516 ± 0,780	11,495 ± 0,516
Sbi	0,639 ± 0,020	0,629 ± 0,022	0,612 ± 0,020	0,630 ± 0,017
Sci	1,465 ± 0,050	1,496 ± 0,052	1,563 ± 0,062	1,496 ± 0,047
Svi	0,132 ± 0,008	0,130 ± 0,007	0,102 ± 0,012	0,118 ± 0,006

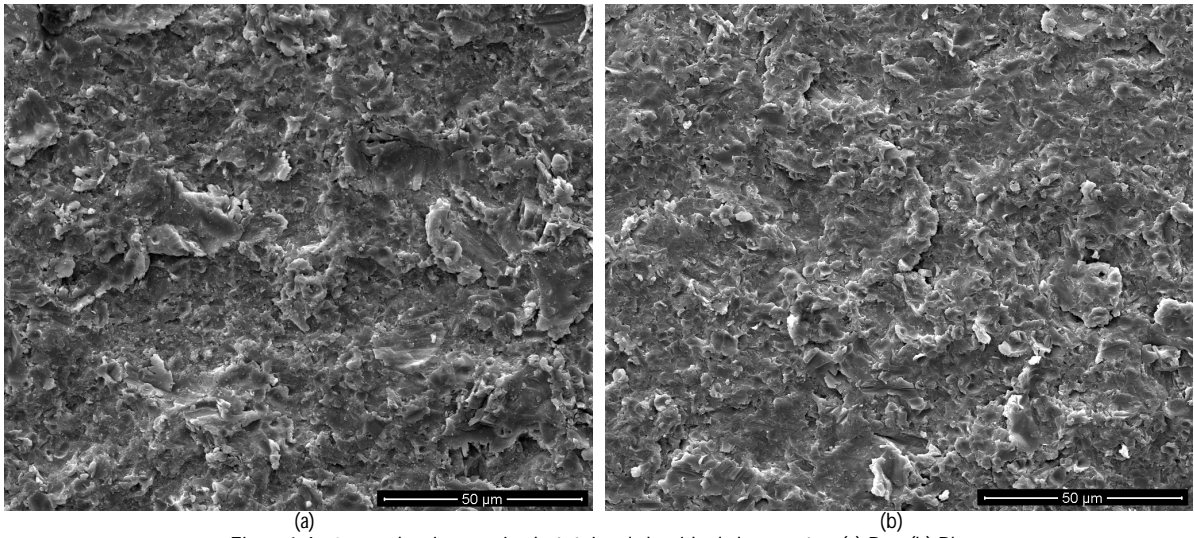


Figura 1: Imágenes de microscopio electrónico de barrido de las muestras (a) Ba y (b) Bb.

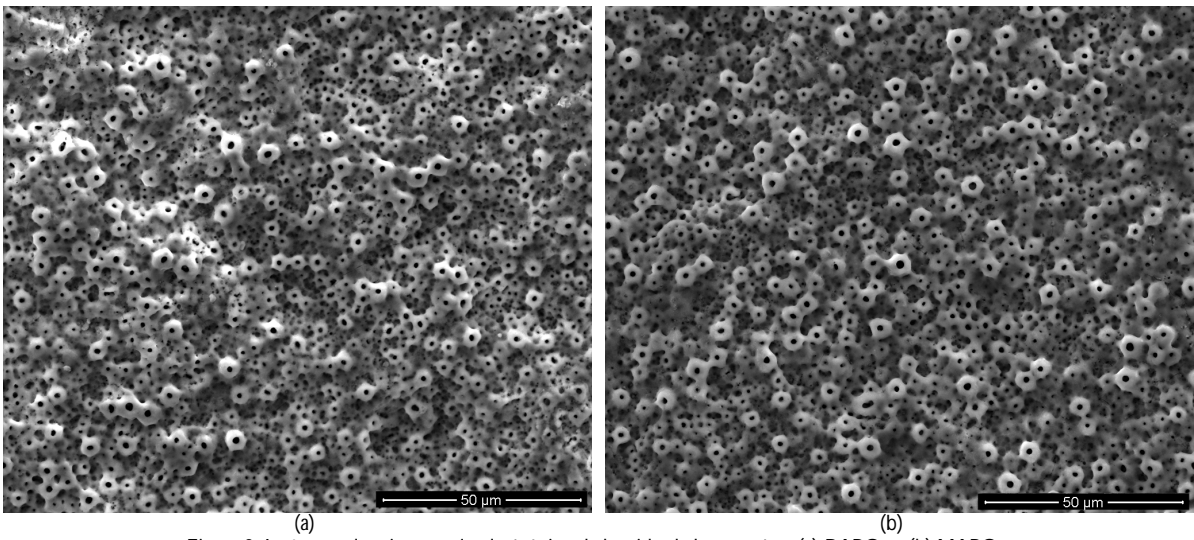


Figura 2: Imágenes de microscopio electrónico de barrido de las muestras (a) BAPQa y (b) MAPQa.

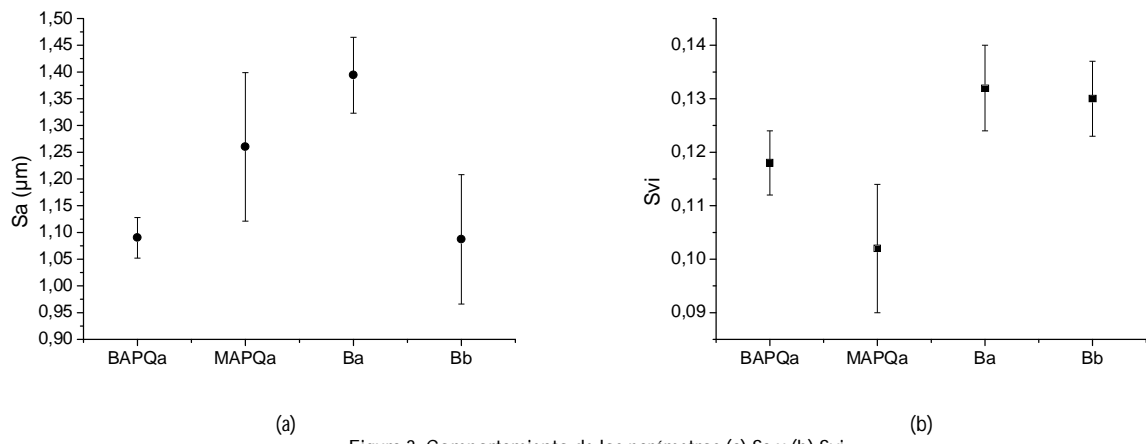


Figura 3: Comportamiento de los parámetros (a) Sa y (b) Svi.

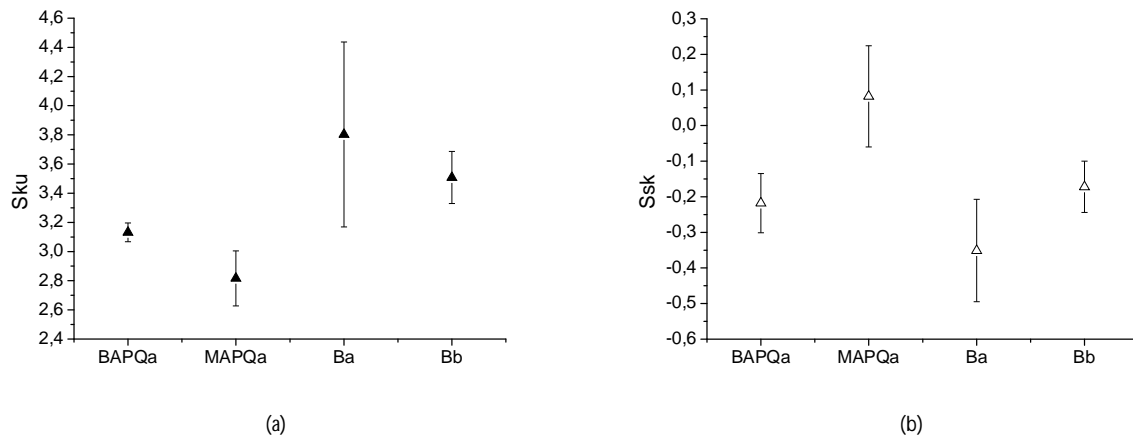


Figura 4: Comportamiento de los parámetros (a) Sku y (b) Ssk.

De los resultados obtenidos para las muestras Ba y Bb, se puede observar que Sa es el parámetro que presenta mayor variación (Figura 3(a)). El resto de los parámetros no presentan, dentro del error, diferencias significativas. Como el parámetro Ssk depende del área y posición dentro la muestra y presenta errores grandes, se considera que no manifiesta una variación importante. Esto indica que la distribución topográfica de ambas muestras es similar, como se puede observar en las Figuras 1(a) y 1(b). La disminución del parámetro Sa en la muestra Bb con respecto a Ba, se debe a una reducción del tamaño de la partícula, utilizada en el proceso de blastinizado [3,19]

En las Figuras 2(a) y 2(b) se pueden observar las imágenes MEB de las muestras anodizadas con y sin tratamiento previo de blastinizado, respectivamente. De los parámetros de rugosidad obtenidos, se puede observar que el único parámetro que presenta una mayor variación es el Ssk (Figura 4(b)), indicando que la muestra MAPQa presenta una pequeña tendencia a formar una superficie con más picos que la muestra BAPQa.

Los valores de Sa, Ssk y Sku obtenidos en la muestra BAPQa (Figuras 3(a), 4(a) y 4(b)), indican que el tratamiento de anodizado generó superficies con picos más redondeados y con una distribución casi normal ($Sku \approx 3$). En cuanto a los parámetros funcionales, Svi es el que presenta mayor variación y en la muestra BAPQa el resultado disminuye hacia valores más gaussianos ($Svi \approx 0.11$) que en la muestra Ba (Figura 3b). Este resultado, en conjunto con el valor obtenido de Sa, indican que en la muestra BAPQa, la diferencia de alturas promedio disminuye pero como los parámetros Sbi y Sci no se modifican entre los dos tratamientos, el parámetro de retención de fluido en el valle (Svi) deberá disminuir generando una superficie más homogénea, en concordancia con los resultados de los parámetros de amplitud.

Es importante destacar que, a partir de los parámetros estudiados en este trabajo, se puede realizar una correcta caracterización topográfica de las distintas muestras.

3.2. Caracterización Mecánica

3.2.1. Ensayo de Microdureza Vickers

La caracterización mecánica a partir de microdureza Vickers se llevó a cabo en las muestras MAPQb, BAPQa y BAPQb; es necesario destacar que se utilizaron las muestras anodizadas por plasma químico, ya que de esta manera se evitó los efectos de borde que se producen durante la preparación metalográfica en las secciones transversales.

Se han observado tres regiones diferentes en las muestras de Ti c.p blastinizadas, una capa severamente deformada cercana a la superficie, una región deformada con maclas y el sustrato no deformado [11].

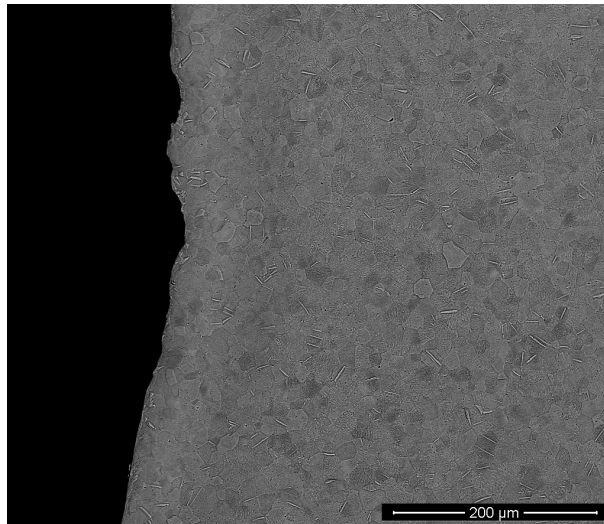


Figura 5: Imágenes MEB de la muestra BAPQb

A partir del análisis de las secciones transversales de las muestras MAPQb, BAPQa y BAPQb en imágenes obtenidas por MEB (Figura 5), no se revela la presencia de una morfología irregular en la sub-superficie de las muestras debida al endurecimiento por deformación. No se incluyen las micrografías MEB de las otras muestras ya que todas presentaban la misma superficie.

En la Tabla 4 se observan las medidas de microdureza HV obtenidas de las muestras MAPQb, BAPQa y BAPQb. Las mismas se realizaron aproximadamente a 10μm de la superficie del metal base, donde se considera según literatura [Jian] se localizaría una capa deformada producto del tratamiento superficial de blastinado. Del análisis de los datos obtenidos, se observa una pequeña variación de dureza entre las muestras MAPQb y BAPQa; sin embargo se observa un mayor incremento en la dureza entre las muestras MAPQb y BAPQb y entre BAPQa y BAPQb. El incremento en dureza entre las muestras BAPQa y BAPQb podría deberse a la disminución que se produce en el tamaño de partícula de blastinado con el tiempo de uso. El incremento en dureza confirmaría la presencia de una capa endurecida en la sub-superficie del metal base que no pudo revelarse mediante las técnicas metalográficas aplicadas en este trabajo.

Es necesario mencionar que se intentó medir la microdureza en la superficie del recubrimiento de las muestras, BAPQa y BAPQb; pero esto no se pudo lograr debido a la irregularidad en la topografía de las mismas.

Tabla 4: Microdurezas transversales (HV) de muestras MAPQb, BAPQa y BAPQb.

	MAPQb	BAPQa	BAPQb
Dureza (HV) ± DS	223,6 ± 3,6	230,19 ± 9,8	278,94 ± 13,4

3.2.2. Ensayo de Adhesión

Como se mencionó anteriormente, el tratamiento de anodizado por plasma químico (APO), genera un recubrimiento bioactivo dentro del cual se destaca su buena adherencia al metal base [12]; siendo esta una de las propiedades básicas de un compuesto capa-sustrato.

La calidad y la resistencia adhesiva de los sistemas en estudio se evaluaron mediante el ensayo de indentación Rockwell C [17]. El principio del método se puede observar en la Figura 6 [20].

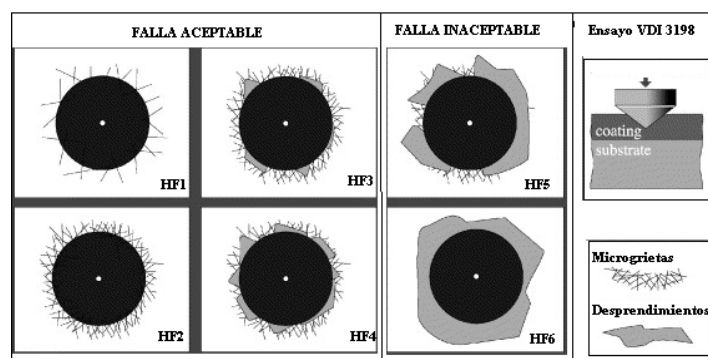


Figura 6: Clasificación de la calidad de adhesión según la norma VDI3198.

Se realizaron tres indentaciones por cada muestra en estudio MAPQb, BAPQa y BAPQb con una carga de 150kg, luego de cada indentación se verificó la integridad de la punta de diamante. Posteriormente las indentaciones se observaron mediante microscopía electrónica de barrido. La calidad de adhesión de las muestras en estudio se compararon con la clasificación suministrada por la norma VDI 3198 (Figura 6) [20].

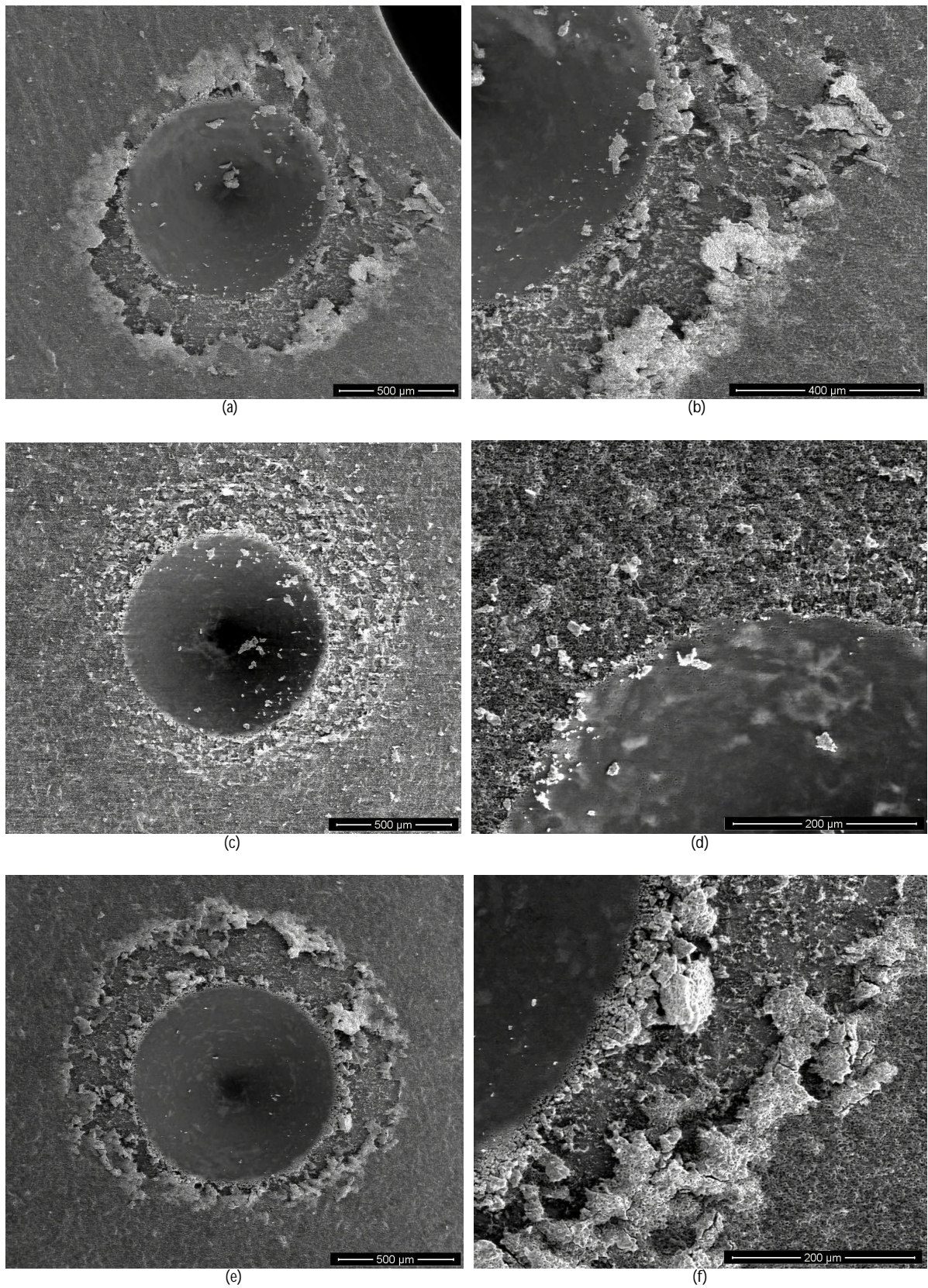


Figura 7: Imágenes MEB de las indentaciones del ensayo de adhesión de las muestras (a-b) MAPQb, (c-d) BAPQa y (e-f) BAPQb

En la Figura 7 se observan las imágenes MEB de las indentaciones del ensayo de adhesión de las muestras anodizadas con y sin tratamiento previo de blastinizado. Del análisis de la Figura 7 y de acuerdo a la clasificación suministrada por la norma VDI 3198 (Figura 6) [20]; la muestra BAPQa se clasificaría entre HF2-HF4 representando una adherencia aceptable del recubrimiento al sustrato. Sin embargo, las muestras MAPQb y BAPQb se clasificarían entre HF5 y HF6 representando una adherencia insuficiente del recubrimiento al sustrato; es necesario destacar que la muestra MAPQb presenta mayores desprendimientos de recubrimiento que la muestra BAPQb.

A partir del estudio de los datos obtenidos se puede señalar que la adhesión metal-recubrimiento disminuye a medida que aumenta el consumo del electrolito utilizado en el tratamiento de anodizado. Se considera que la aplicación de un tratamiento superficial de blastinizado previo a la aplicación de un tratamiento de anodizado (APQ), genera una rugosidad que favorece la cohesión metal-recubrimiento.

4. Conclusiones

La muestra BAPQa presenta una adherencia aceptable y la muestra BAPQb tiene una adherencia insuficiente. La causa de este comportamiento se debe a que la adherencia del recubrimiento se encuentra afectada por el consumo de los componentes del electrolito utilizado en el anodizado. Las muestras BAPQb y MAPQb presentaron una adherencia insuficiente, aunque la muestra BAPQb tuvo menores desprendimientos de recubrimiento que MAPQb. En este sentido, se considera que la rugosidad que genera el blastinizado ayuda a la cohesión metal-recubrimiento.

En cuanto al blastinizado, los resultados indican que la superficie se ve afectada por el consumo de las partículas, que se manifiesta en una disminución de su tamaño. El cambio generado se puede observar a partir del parámetro Sa.

Según la literatura [2], las superficies homogéneas, con picos más suaves y con valores de Sa en el rango 1-2 μ m presentan una mejor osteointegración, como sucede en el caso de la muestra BAPQa.

Referencias

- [1] Le Guéhennec L., Soueidan A., Layrolle P. and Amouriq Y., "Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration", *Dental Materials*, 23:844–854, 2007.
- [2] Wennerberg A., Albrektsson T., "Effects of titanium surface topography on bone integration: a systematic review", *Clinical Oral Implants Research*, 20:172-184, 2009.
- [3] Arvidsson A., Sater B.A., Wennerberg A., "The role of functional parameters for topographical characterization of bone-anchored implants", *Clinical Implant Dentistry and Related Research*, 8:70-76, 2006.
- [4] Reidenbach F., "ASM Handbook Volumen 5", ASM International Handbook Committee, 1996.
- [5] Choi C.R., Yu H.S., Kim C.H., Lee J.H., Oh C.H., Kim H.W. and Lee H.H., "Bone Cell Responses of Titanium Blasted with bioactive glass particles", *Journal of Biomaterials Applications*, 25:99–117, 2010.
- [6] Barranco V., Escudero M.L., García-Alonso M.C., "3D, chemical and electrochemical characterization of blasted Ti6Al4V surfaces: Its influence on the corrosion behavior", *Electrochimica Acta*, 52:4374-4384, 2007.
- [7] Multigner M., Frutos E., González-Carrasco J.L., Jiménez J.A., Marín P., Ibáñez J., "Influence of the sandblasting on the subsurface microstructure of 316LVM stainless steel: Implications on the magnetic and mechanical properties", *Material Science and Engineering C*, 29:1357-1360, 2009.
- [8] Multigner M., Ferreira-Barragáns S., Frutos E., Jaafar M., Ibáñez J., Marín P., Pérez-Prado M.T., González-Doncel G., Asenjo A., González-Carrasco J.L., "Superficial severe plastic deformation of 316 LVM stainless steel through grit blasting: Effects on its microstructure and subsurface mechanical properties", *Surface and Coating Technology*, 205:1830-1837, 2010.
- [9] Rhouma A. Ben, Sidhom H., Braham C., Lédion J. and Fitzpatrick M. E., "Effects of surface preparation on pitting resistance, residual stress, and stress corrosion cracking in austenitic stainless steels", *Journal of Materials Engineering and Performance*, 10:507-514, 2001.
- [10] Otsubo F., Kishitake K., Akiyama T., Terasaki T., "Characterization of Blasted Austenitic Stainless Steel and Its Corrosion Resistance", *Journal Thermal Spray Technology*, 12:555-559, 2003.
- [11] Jiang X.P., Wang X.Y., Li J.X., Li D.Y., Man C.-S., Shepard M.J., Zhai T. , "Enhancement of fatigue and corrosion properties of pure Ti by sandblasting", *Materials Science and Engineering: A*, 429: 30–35, 2006.
- [12] Liu X., Chu P.K. and Ding C., "Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications", *Materials Science and Engineering R*, 47:49–121, 2004.
- [13] ISO 23317:2012 Implants for surgery – In vitro evaluation for apatite forming ability of implant materials, 2012.
- [14] Yao Z.Q., Ivanisenko Y., Diemant T., Caron A., Chuvilin A., Jiang J.Z., Valiev R.Z., Qi M., Fecht H.J., "Synthesis and properties of hydroxyapatite-containing porous titania coating on ultrafine-grained titanium by micro-arc oxidation", *Acta Biomaterialia*, 6:2816–2825, 2010.
- [15] Ponz E., Ladaga J.L., Bonetto R.D., "Measuring surface topography with scanning electron microscopy. I. EZEImage: A program to obtain 3D surface data", *Microscopy and Microanalysis*, 12:170-177, 2006.

- [16] Bonetto, R.D., Ladaga, J.L., Ponz, E. 2006. Measuring Surface Topography with Scanning Electron Microscopy. II. Analysis of Three Estimators of Surface Roughness in Second-dimension and Third-dimension. *Microsc. Microanal.* 12, (2), 178-186.
- [17] Verein Deutscher Ingenieure Normen, VDI 3198, VDI-Verlag, Dusseldorf, 1991.
- [18] Dong W.P., Sullivan P.J., Stout K.J., "Comprehensive study of parameters for characterizing three-dimensional surface topography", *Wear*, 178:29-43, 1994.
- [19] Kang K.W., Pereda M.D., Lemos A., Bilmes P., Bonetto R., Scarano M., "Estudio de la rugosidad superficial de implantes dentales de titanio blastinizados mediante Microscopía Electrónica de Barrido en 3D", *Acta Microscopica*, 21:65-66, 2012.
- [20] Vidakis N, Antoniadis A, Bilalis N., "The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds". *Journal of Materials Processing Technology*, 143-144:481-485, 2003.