

Scopo del lavoro.

Il lavoro eseguito aveva lo scopo di valutare composizione chimica e morfologia della superficie di impianti dentali A-Z Implant S.r.l..

Per ottenere le informazioni richieste, sono state utilizzate le seguenti tecniche:

- 1) Analisi della composizione superficiale mediante XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy);
- 2) Valutazione al microscopio elettronico a scansione (SEM).

Metodi e Materiali.

I campioni pervenuti al nostro laboratorio erano costituiti da due impianti dentali A-Z Implant S.r.l. Gli impianti erano nelle confezioni originali, sigillate e sterili, cioè nelle condizioni "come venduti". La tabella sottostante ne riassume le caratteristiche:

Codice articolo	Descrizione del prodotto	LOT	Quantita' (N)
TZ130	VITE TPA \varnothing 6 L.13	133/09 161116	1
VZ130	VITE VSO \varnothing 4,4 L.13	002/12 270515	1

Gli impianti oggetto di analisi strumentale sono stati estratti dalla confezione immediatamente prima dell'analisi, senza necessita' di preparazioni, riducendo, anzi, al minimo la manipolazione ed evitando ogni contatto con la superficie. Il medesimo impianto e' stato sottoposto prima ad analisi XPS, poi ad analisi SEM.

1. Valutazione della composizione superficiale mediante analisi XPS.

La composizione chimica della superficie e' stata valutata mediante analisi XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) o ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis. Entrambi i nomi, che indicano la stessa tecnica, sono usati nella letteratura scientifica a riguardo). Questo tipo di tecnica consente di ottenere la composizione qualitativa e quantitativa degli strati piu' esterni dei materiali (nel caso dei metalli, la profondita' analizzata e' di circa 5 nanometri (nm)) e

fornisce quindi un'indicazione diretta della composizione chimica degli strati del materiale che vengono in contatto effettivo con il tessuto osseo.

L'analisi e' stata eseguita con uno strumento Perkin Elmer PHI 5600 ESCA System dotato di una sorgente di raggi X monocromatica con anodo di Al. La pressione all'interno della camera di analisi e' stata mantenuta a circa 10^{-9} Torr.

Il risultato dell'analisi e' espresso in % atomico.

Il campione oggetto di analisi e' stato rimosso dalla propria confezione avendo ogni cura di evitarne il contatto con superfici estranee, secondo la normale metodica dell'analisi XPS, ed e' stato immediatamente trasferito nella camera da vuoto dello strumento.

2. Valutazione della morfologia superficiale mediante microscopio elettronico a scansione.

L'osservazione al microscopio elettronico a scansione (SEM) e' stata eseguita mediante uno strumento EVO MA 10 (ZEISS). I parametri salienti dell'analisi (potenziale di accelerazione degli elettroni= EHT, working distance= WD, ingrandimento= Mag, tipo di detector utilizzato= Signal A, riferimento dimensionale in micrometri), sono riportati direttamente sulla striscia bianca in basso di ciascuna fotografia.

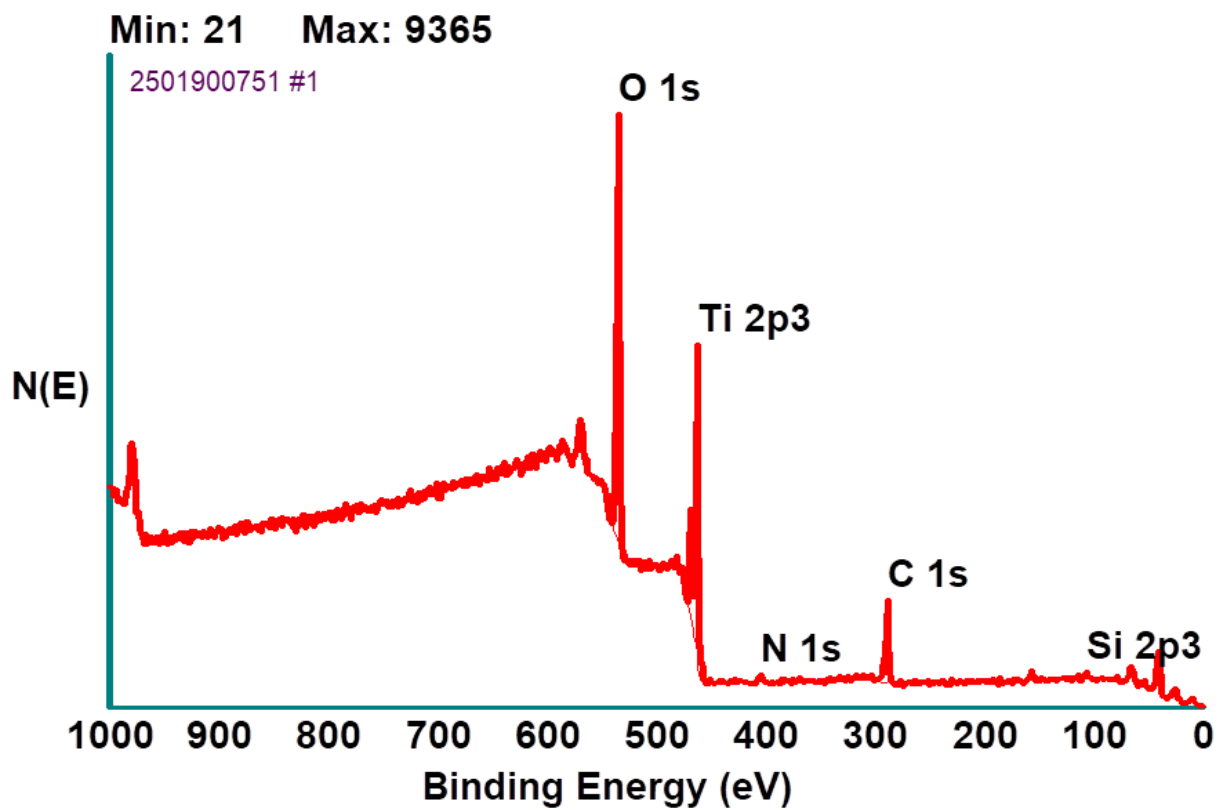
Risultati.

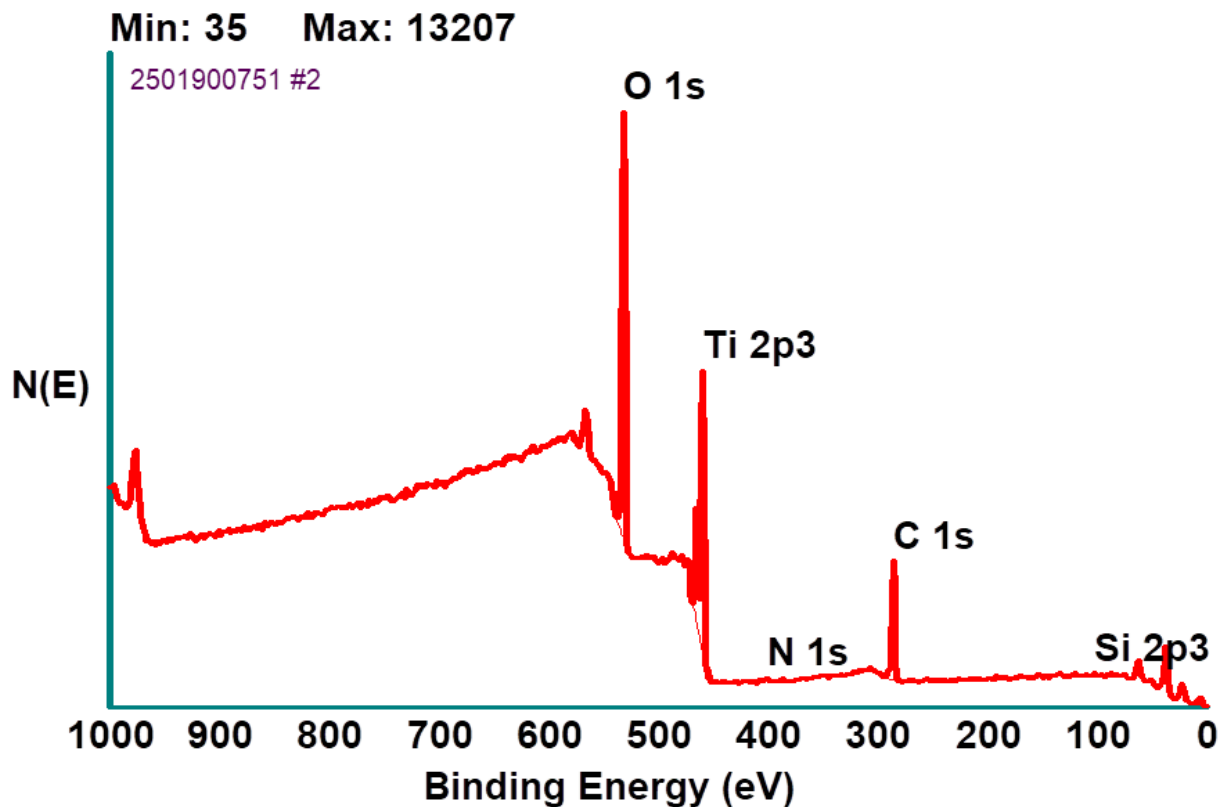
1. Analisi XPS.

La composizione superficiale degli impianti analizzati e i relativi spettri XPS sono riportati sotto:

Composizione superficiale (% atomico) ottenuta mediante analisi XPS

	O	Ti	C	N	Si
TZ130	52,5	17,4	28,5	1,0	0,7
VZ130	49,7	17,5	31,7	0,6	0,5





I valori di composizione superficiale misurati sono in linea con quanto normalmente ottenuto, mediante l'utilizzo di questa tecnica, su superfici implantari di uso clinico. In particolare, si osserva un buon rapporto Ti/C, indice del fatto che la superficie è esente da contaminazione organica significativa. La piccola percentuale di Si osservata è probabilmente dovuta al rilascio di modestissime quantità di silicone dai componenti del packaging. Nei valori quantitativi misurati il dato è ampiamente nella norma per la tipologia di campioni in esame. Infine, è importante notare l'assenza di segnali di Al, dato che dimostra che l'agente sabbante utilizzato nella prima fase del processo di irruvidimento è stato efficacemente eliminato. Tutti i dati quantitativi rientrano nei limiti di accettabilità definiti per il processo.

In sostanza, le evidenze dell'analisi XPS sui due campioni analizzati indicano che la composizione superficiale dei due campioni analizzati è in linea con le attese e idonea per l'uso inteso.

2. Osservazione al SEM.

I risultati salienti dell'analisi al microscopio elettronico a scansione sono riportati nelle immagini riportate sotto, fornite anche come singoli files.tif.

Impianto TZ130

Le immagini 1-6 mostrano la superficie implantare a bassi ingrandimenti. Non sono stati evidenziati difetti di finitura meccanica, non sono risultati presenti residui delle precedenti fasi di produzione (ad esempio, residui di allumina) e/o di confezionamento, a conferma del dato emerso dai risultati dell'analisi XPS.

Le immagini 7-12 mostrano, a ingrandimenti crescenti da 1000x a 15000x, i dettagli topografici della superficie implantare. Si osserva la tipica rugosità attesa per superfici sottoposte a processo di sabbiatura, che lascia crateri più grandi, seguito da un processo di doppio attacco acido, che impartisce la microrugosità. Da notare che, anche a questo livello di ingrandimento, non si osservano residui, né di agente sabbicante né di contaminanti inattesi. La superficie appare omogeneamente irruvidita dal processo applicato, con una topografia che, sulla base delle conoscenze del settore, appare sicuramente idonea per l'uso previsto.

Fig. 1

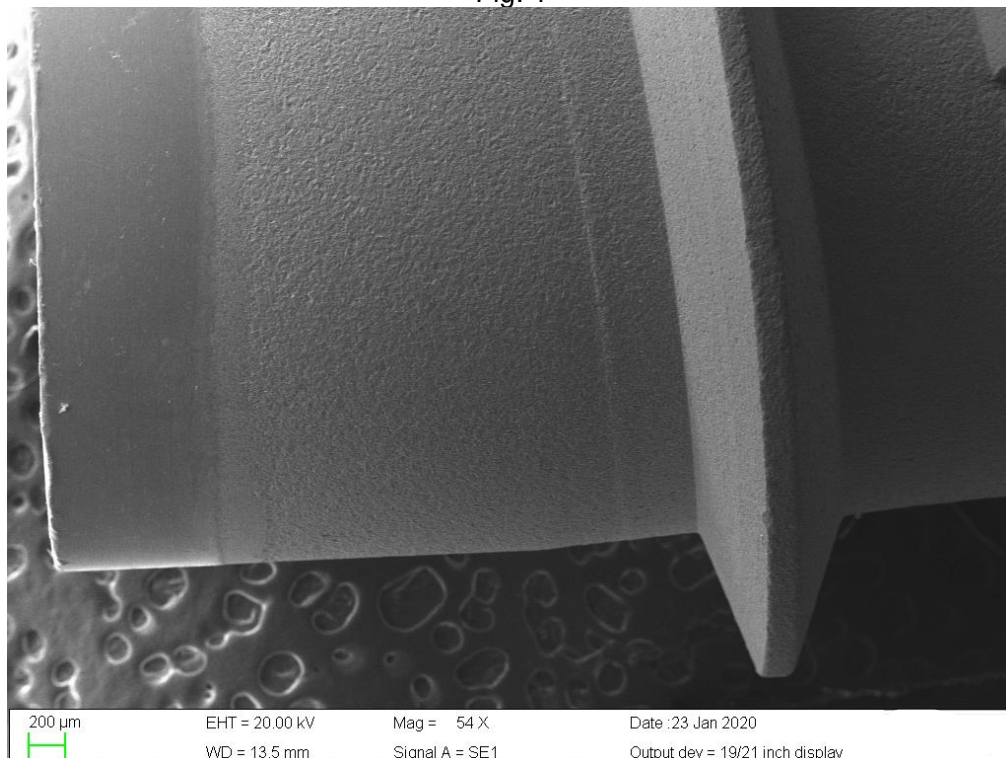


Fig. 2

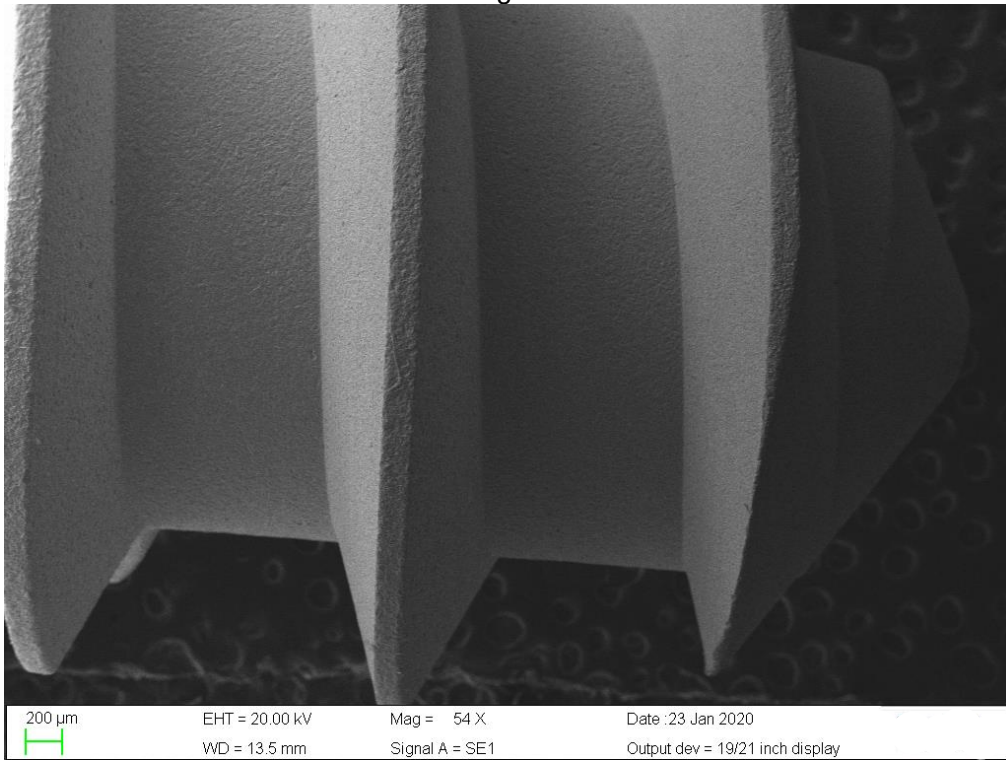


Fig. 3

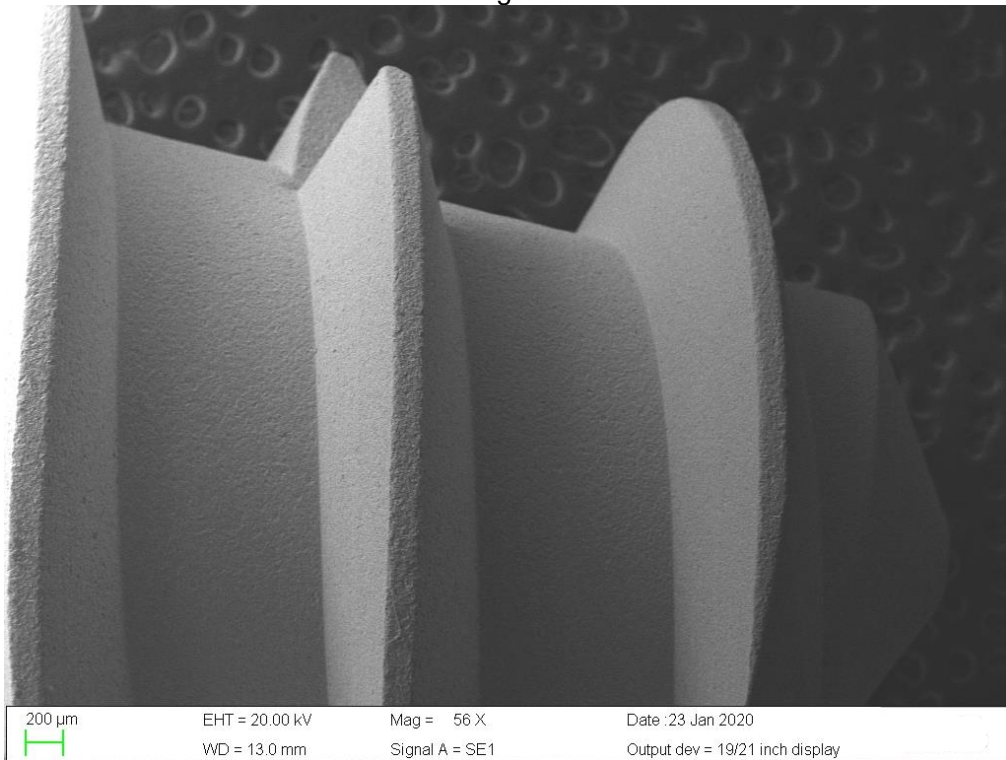


Fig. 4

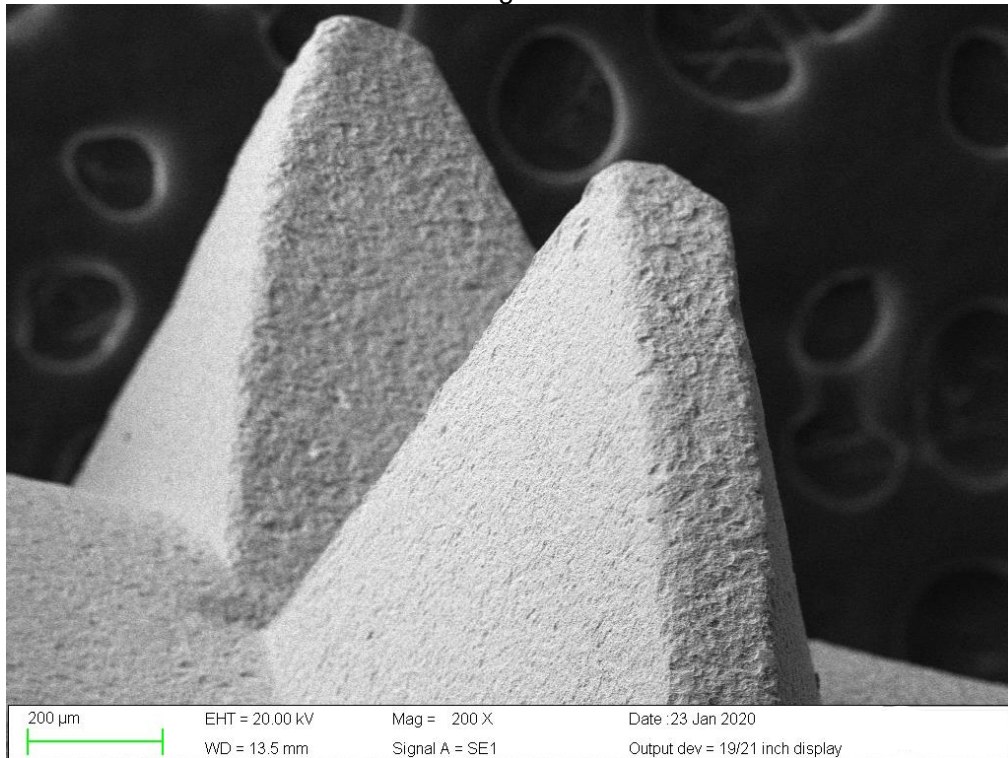


Fig. 5

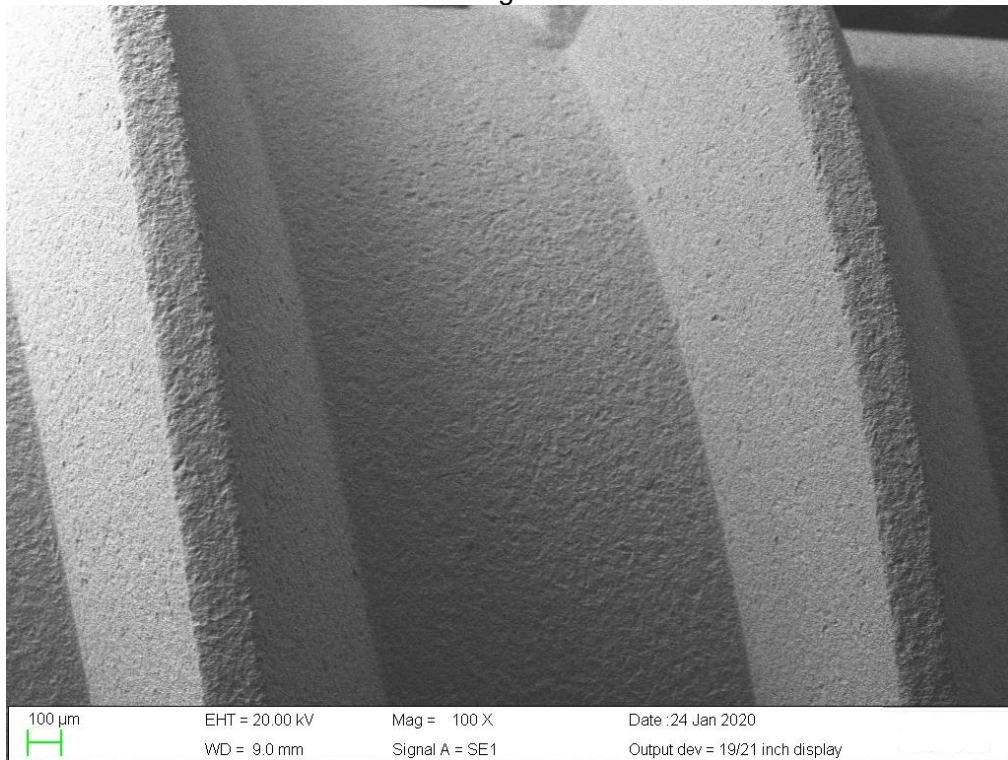


Fig. 6

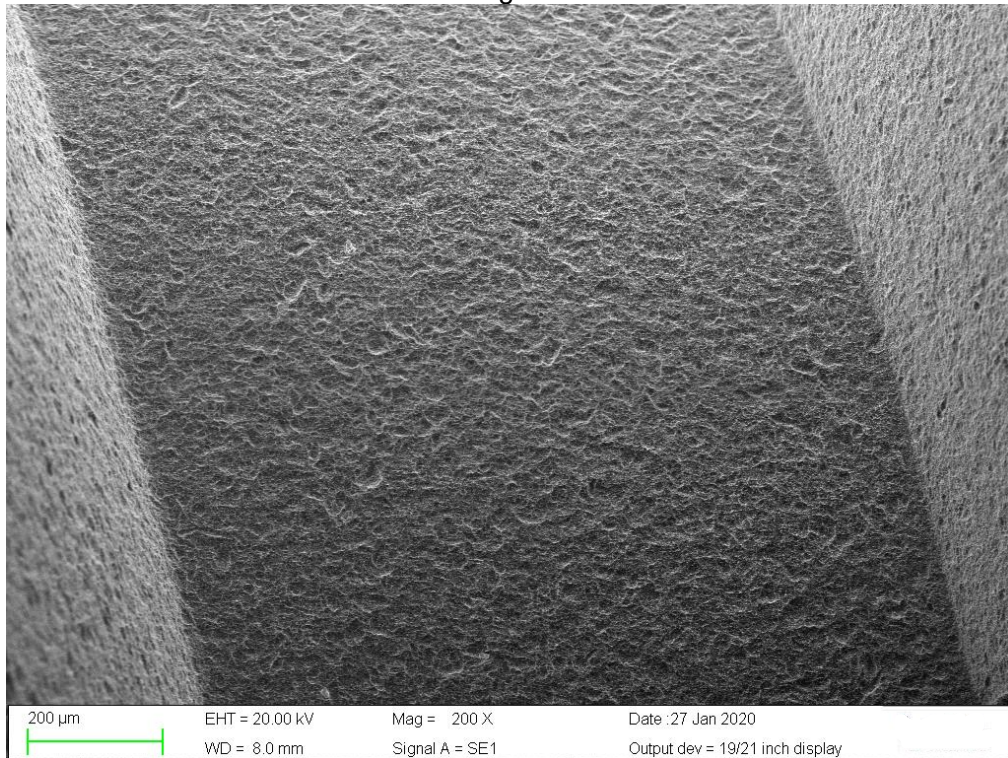


Fig. 7

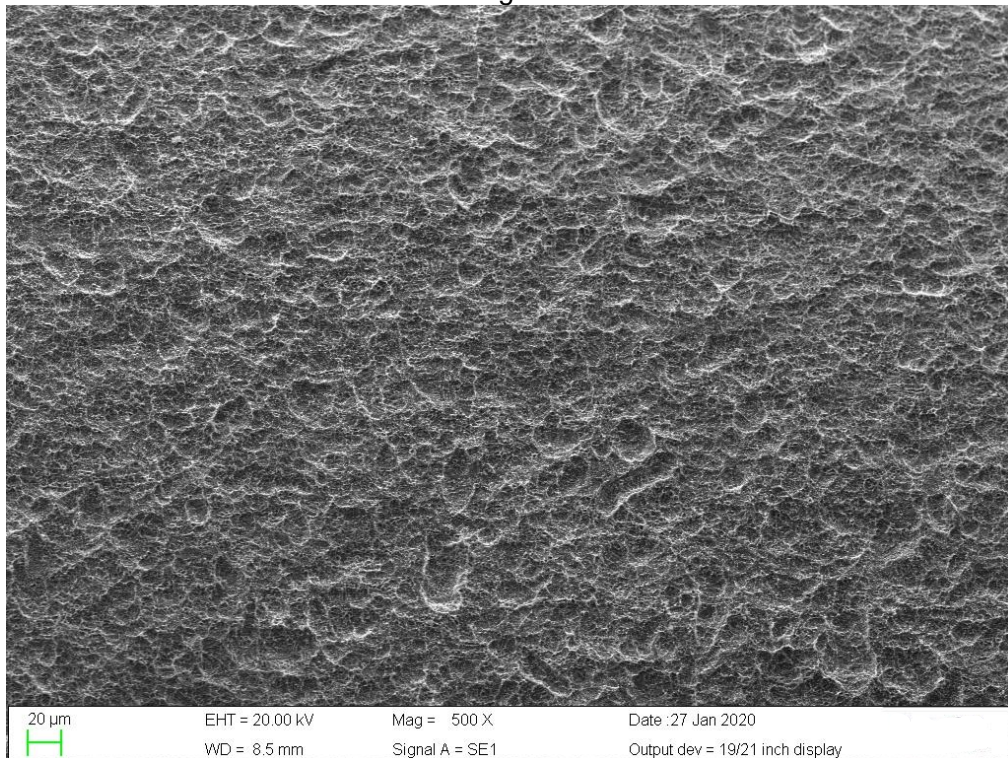


Fig. 8

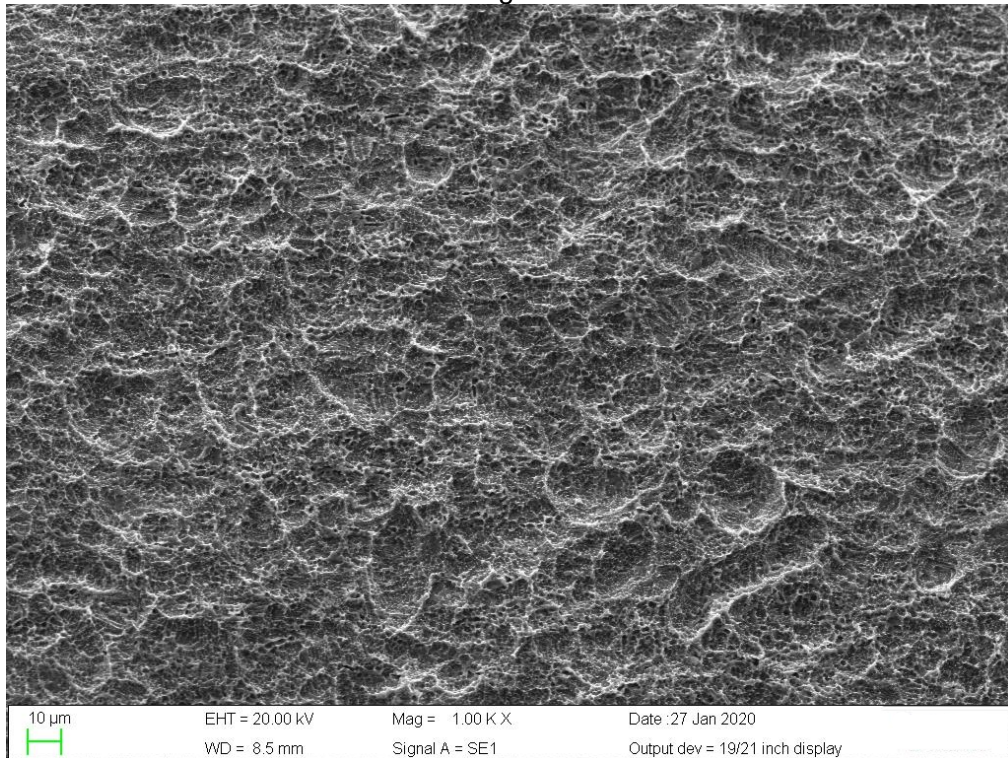


Fig. 9

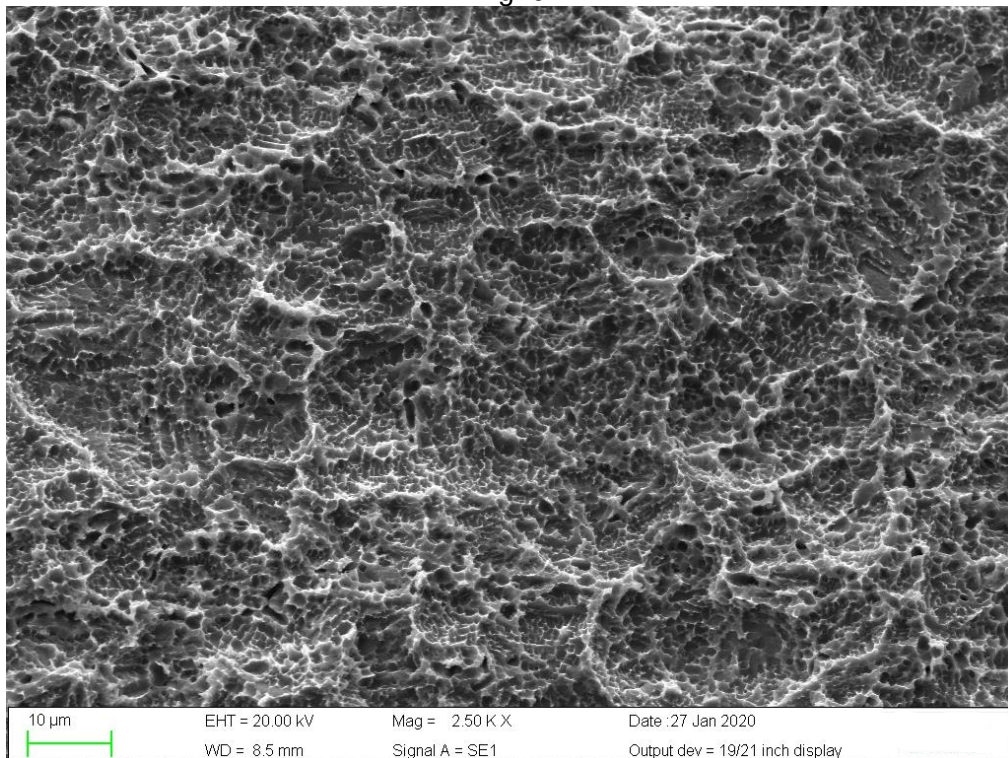


Fig. 10

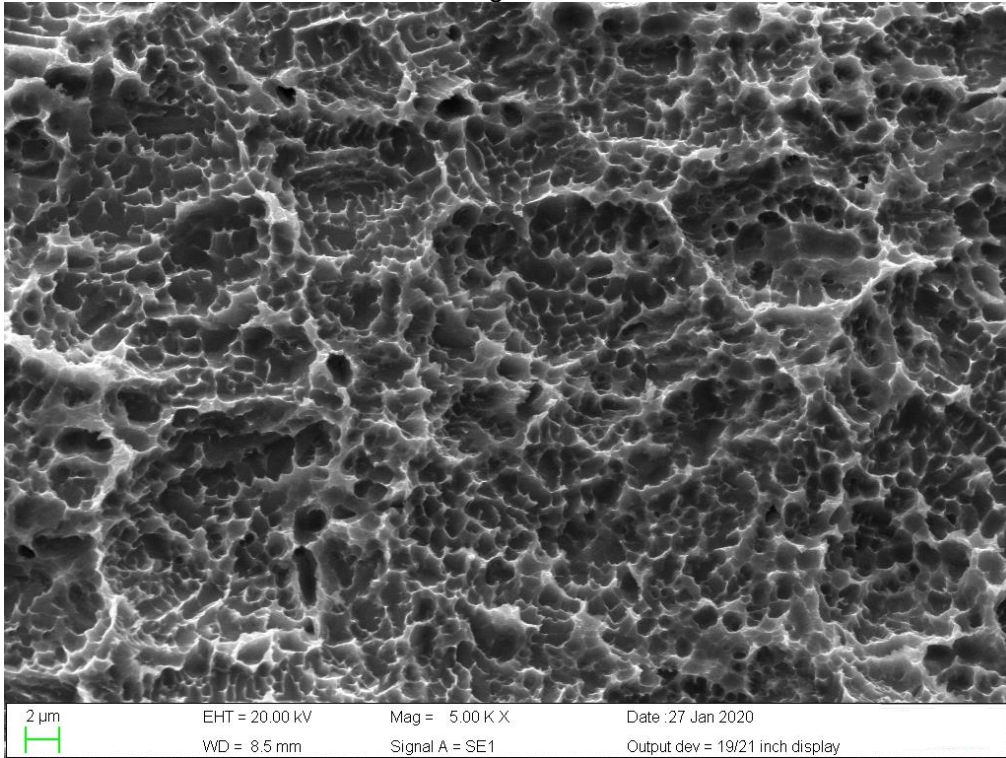


Fig. 11

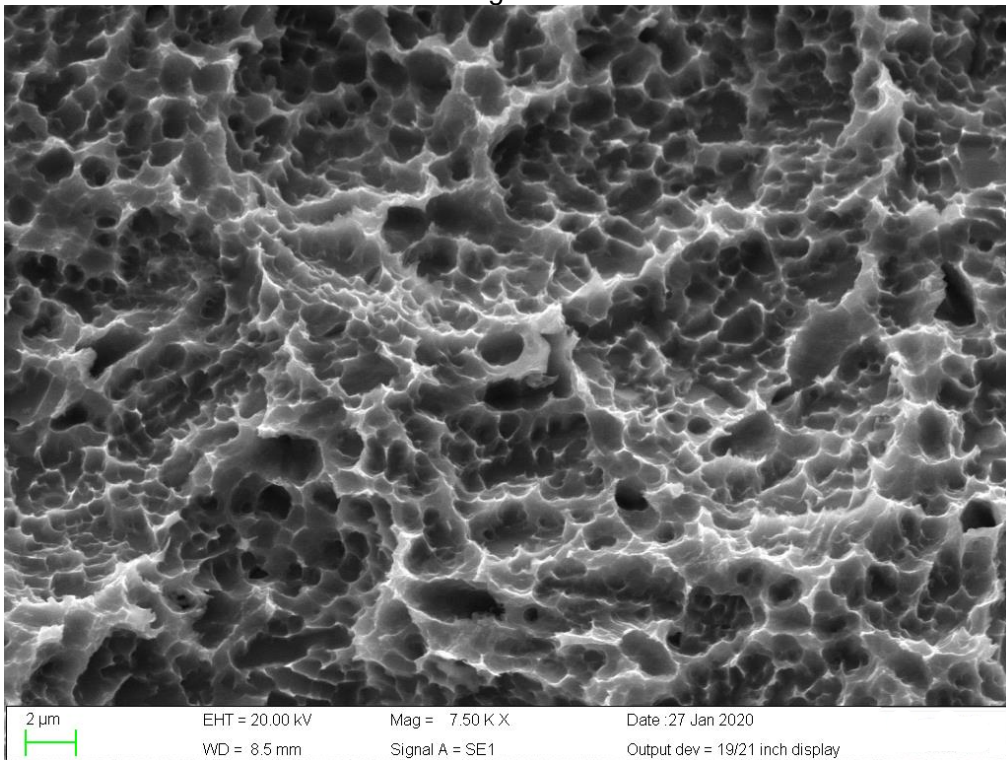


Fig. 12

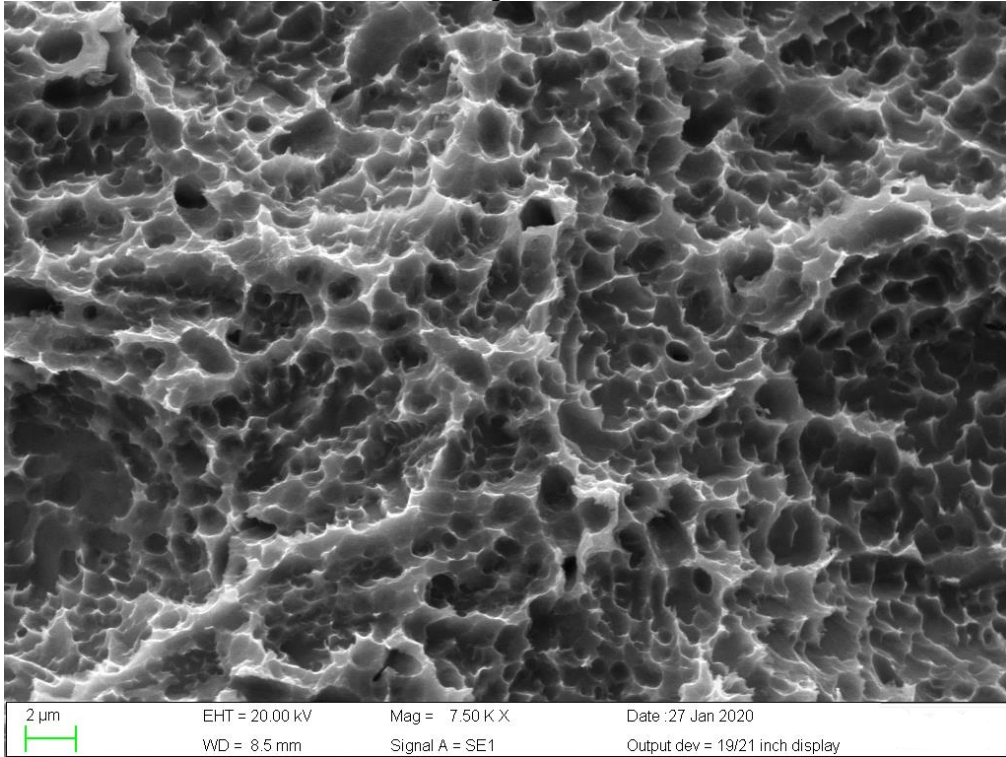


Fig. 13

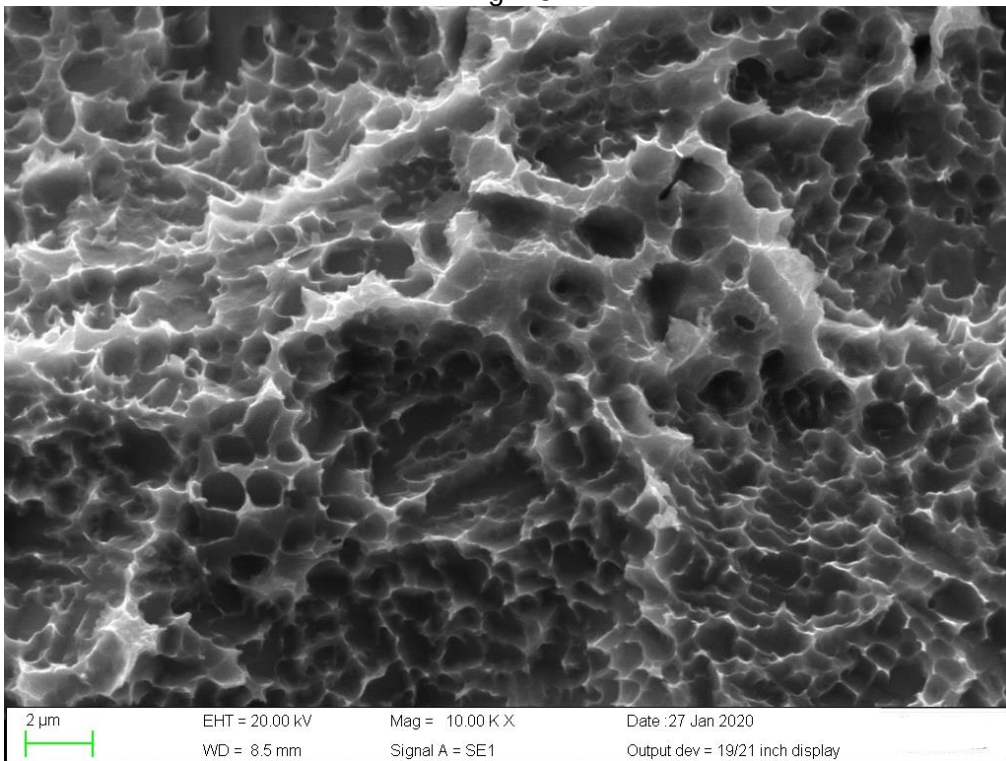


Fig. 14

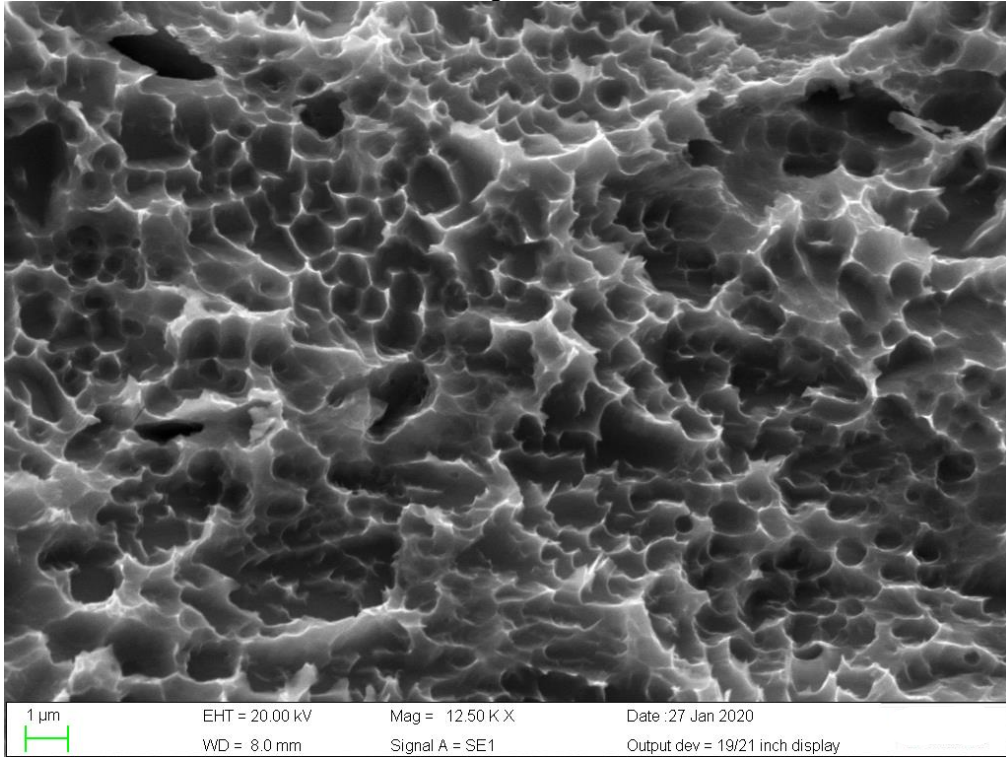
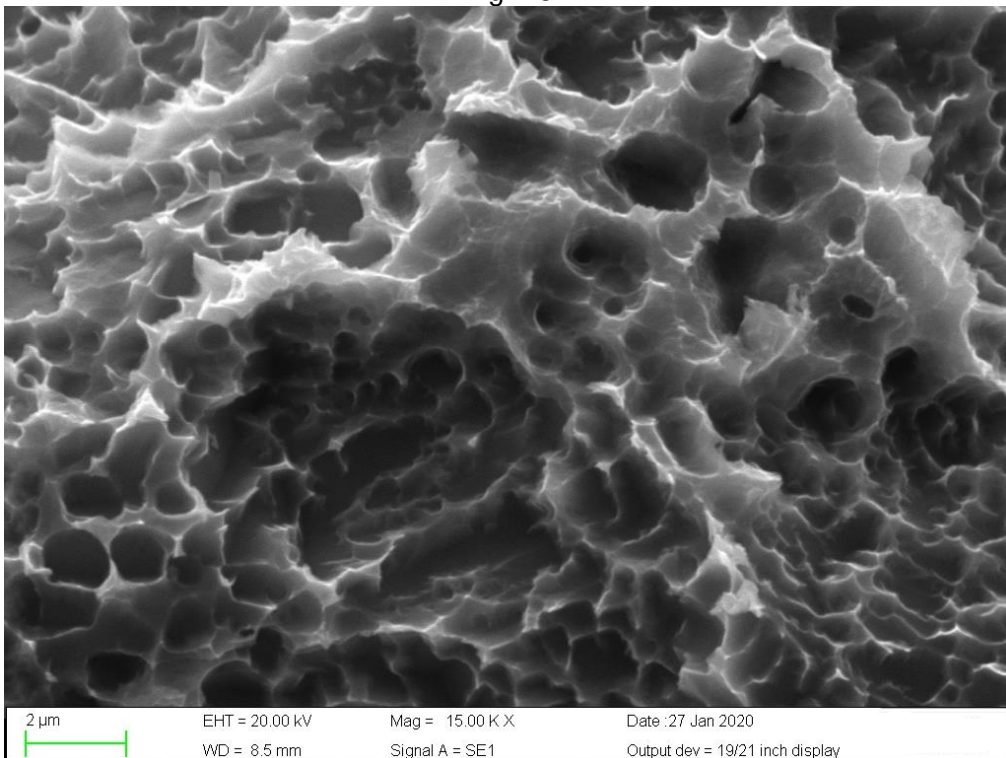


Fig. 15



Impianto VZ130

Per l'impianto VZ130 valgono esattamente le stesse considerazioni scritte per l'impianto TZ130

Fig. 1

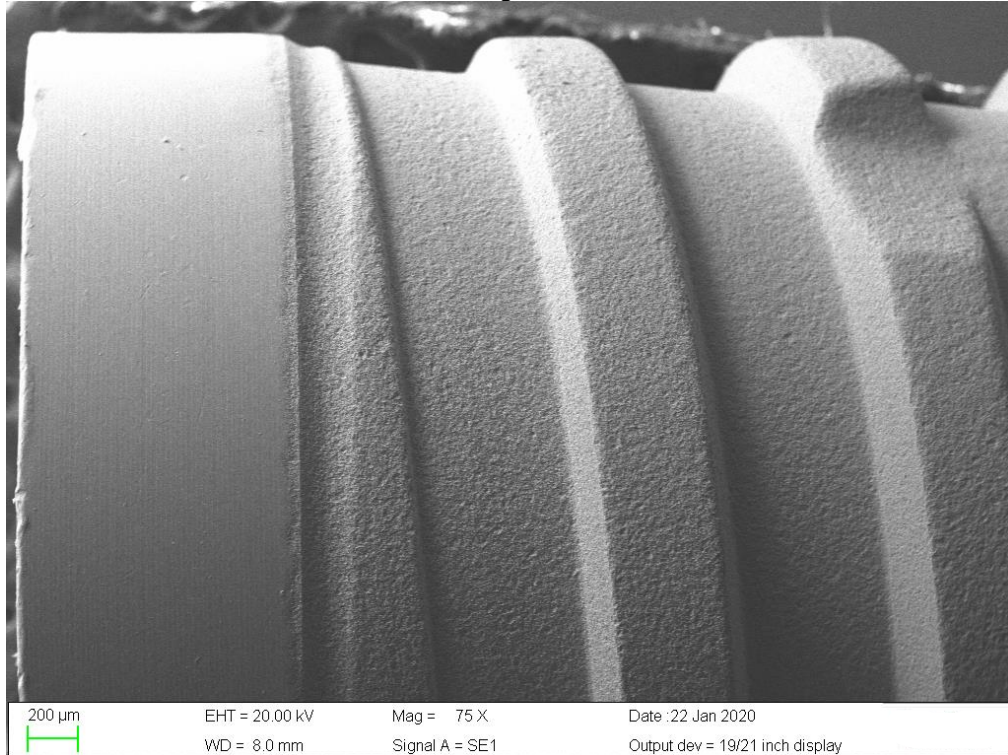


Fig. 2

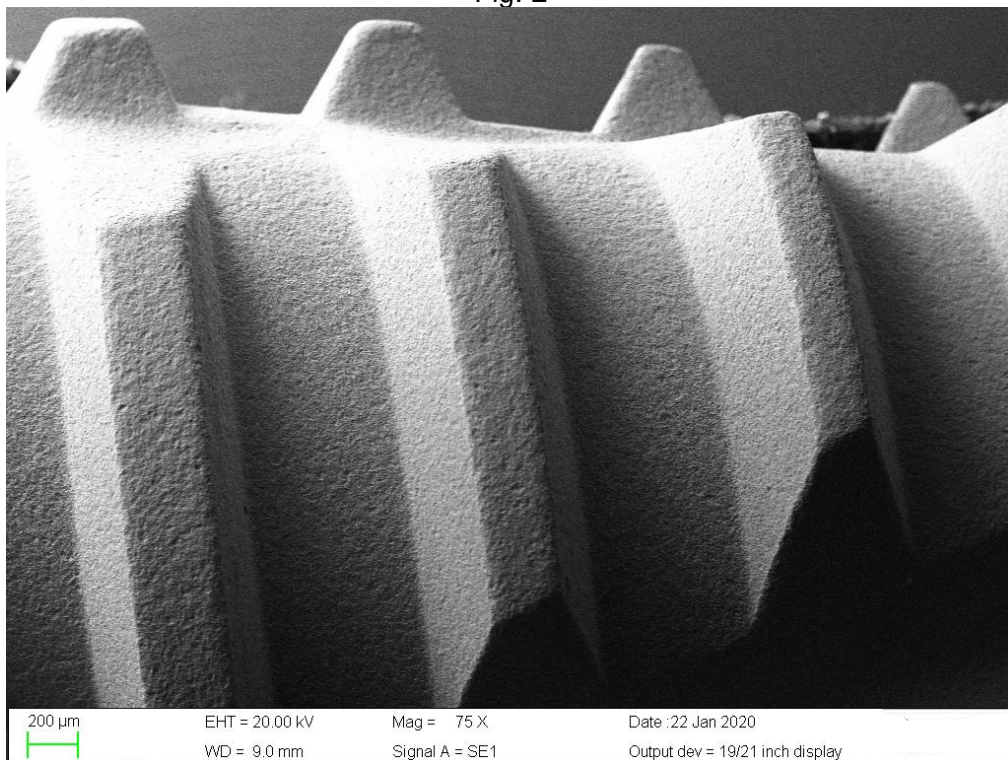


Fig. 3

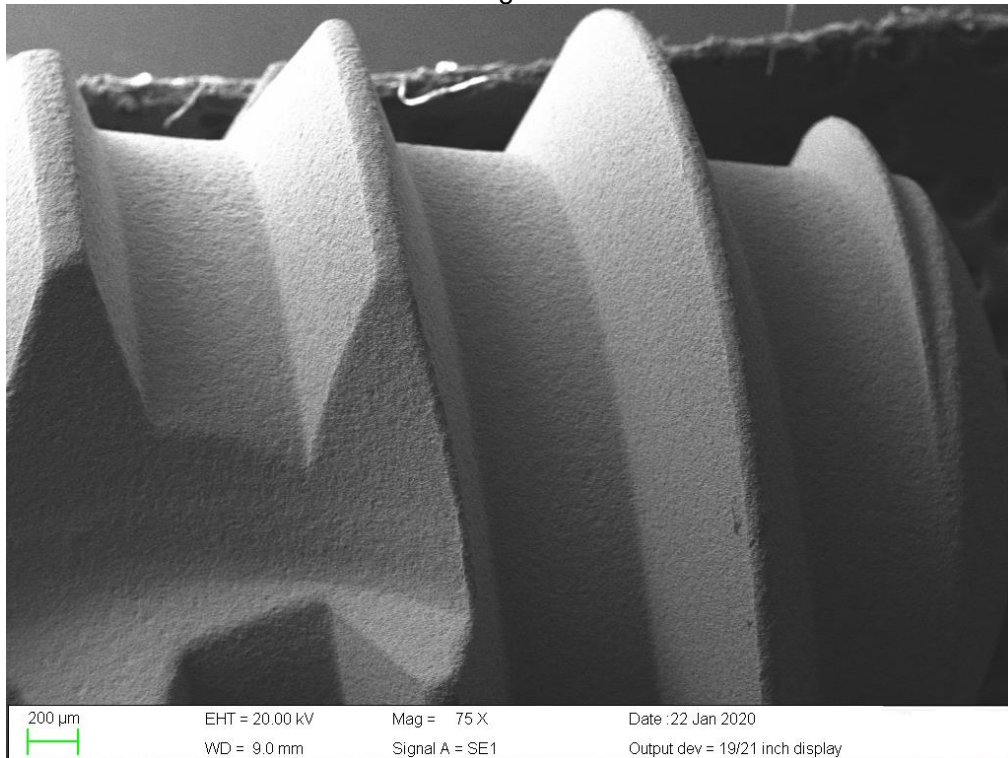


Fig. 4

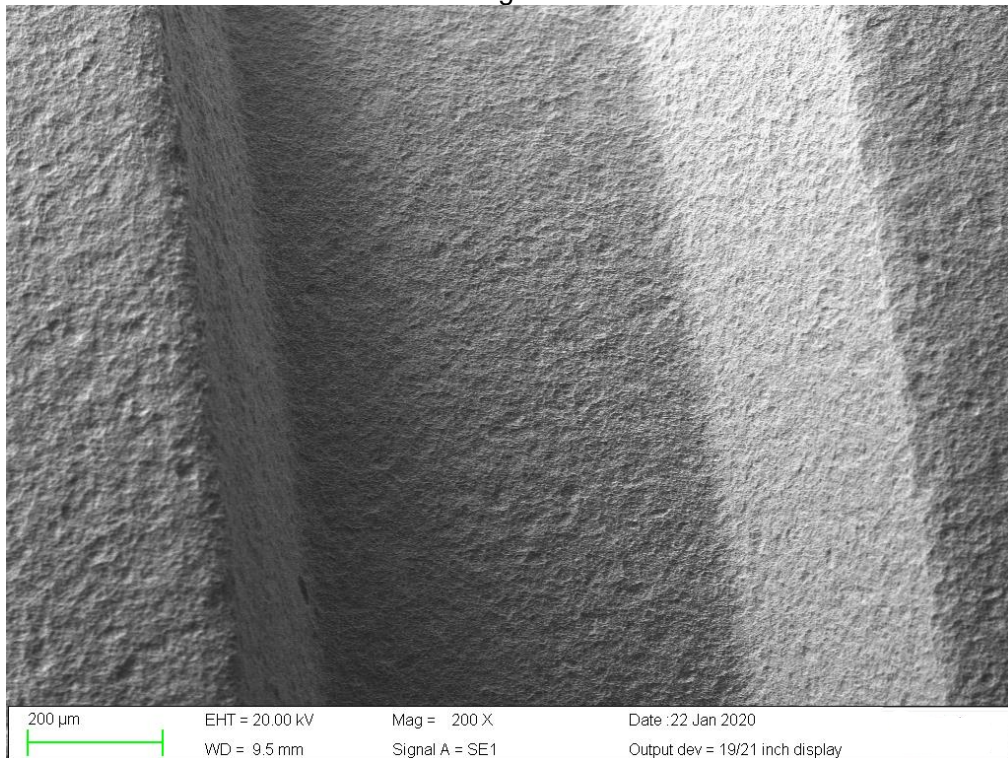


Fig. 5

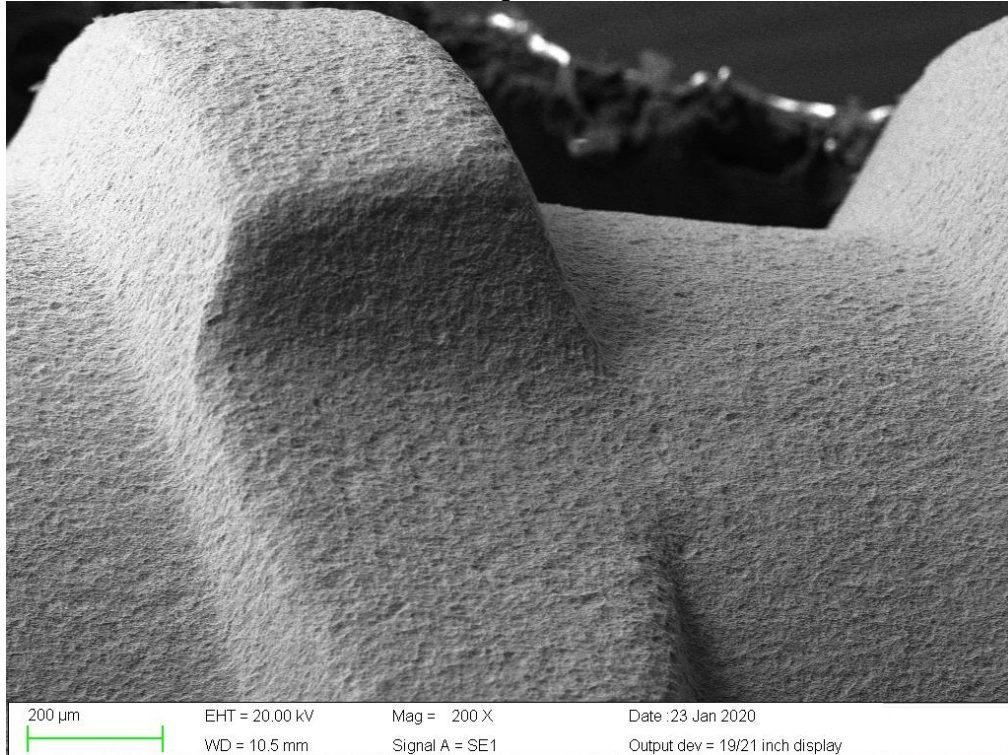


Fig. 6

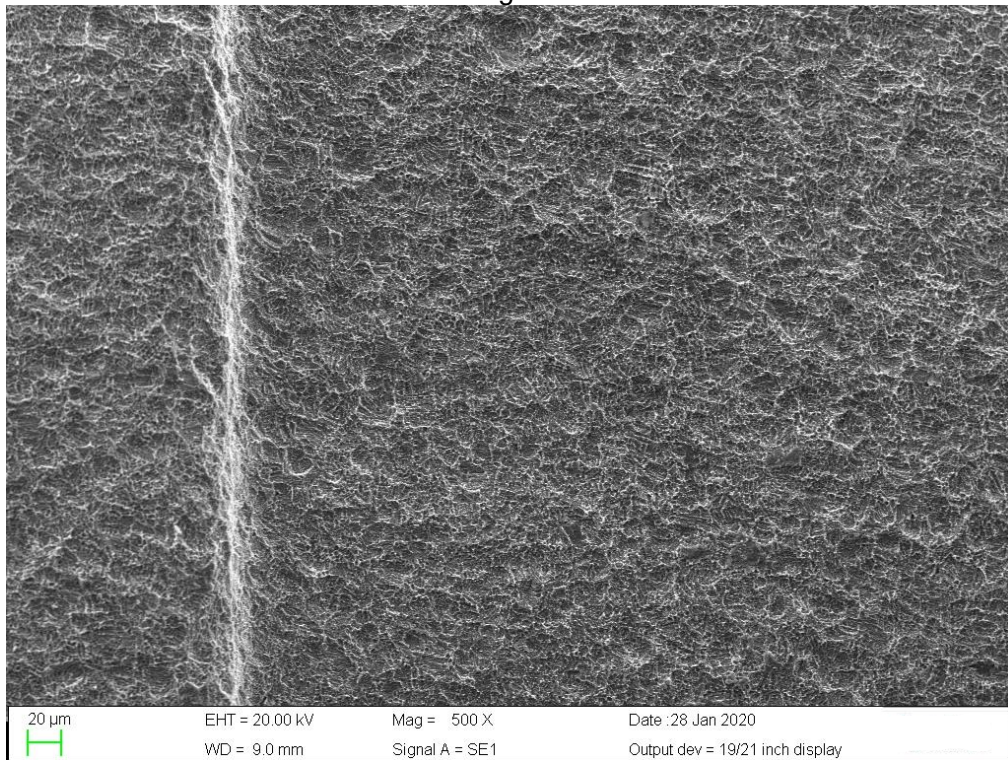


Fig. 7

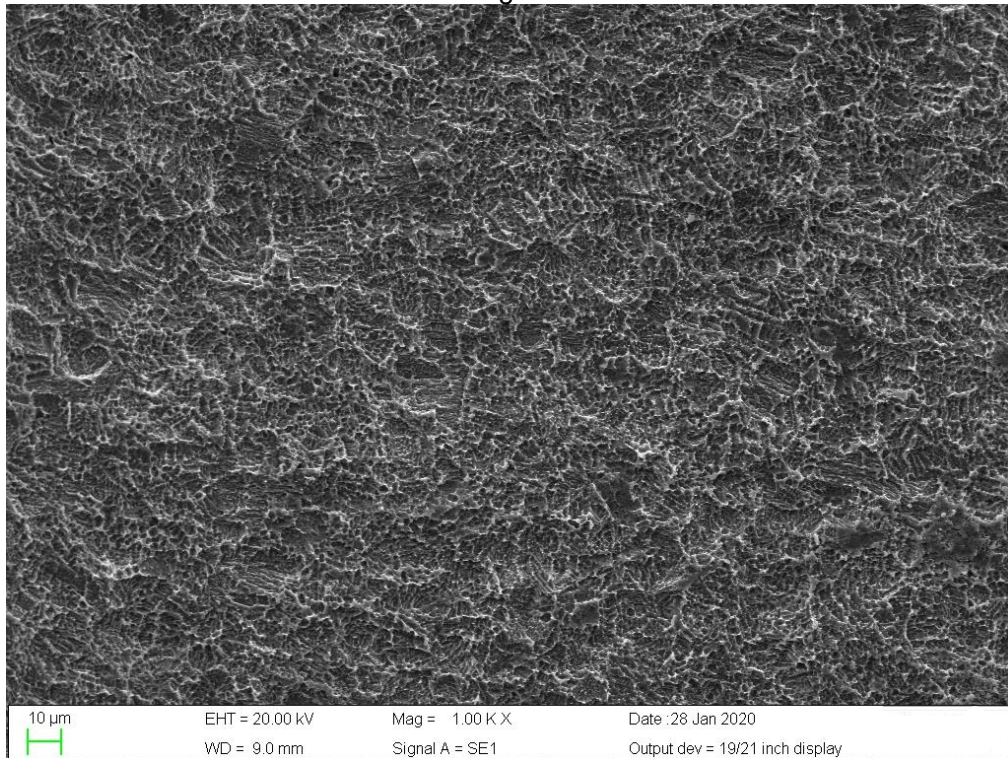


Fig. 8

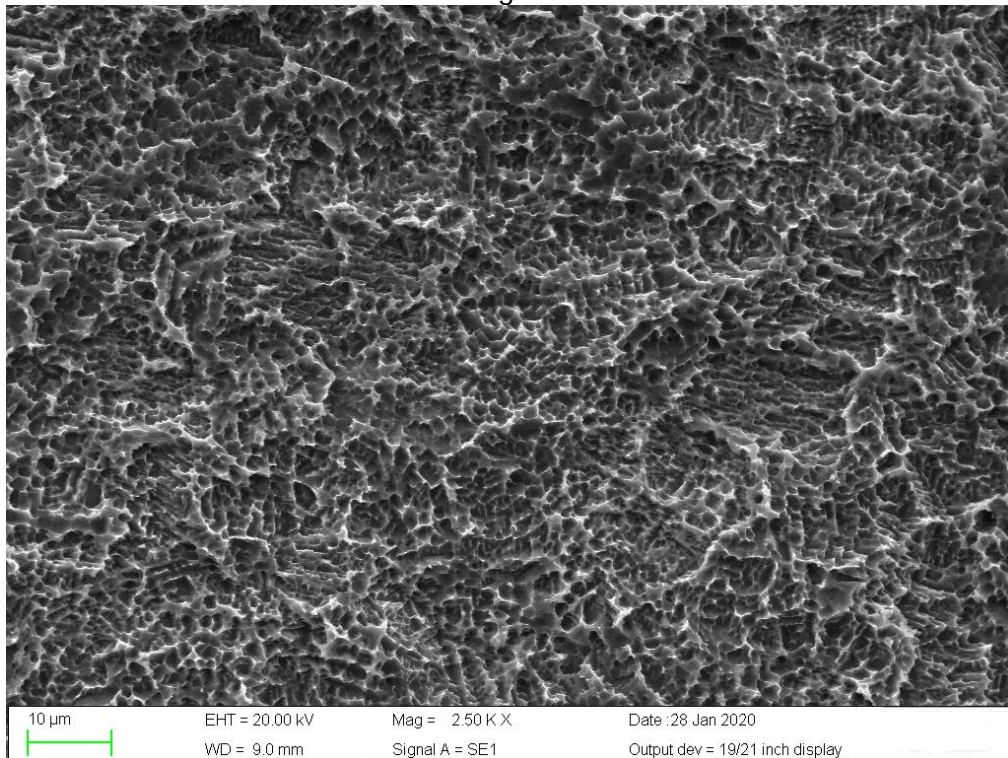


Fig. 9

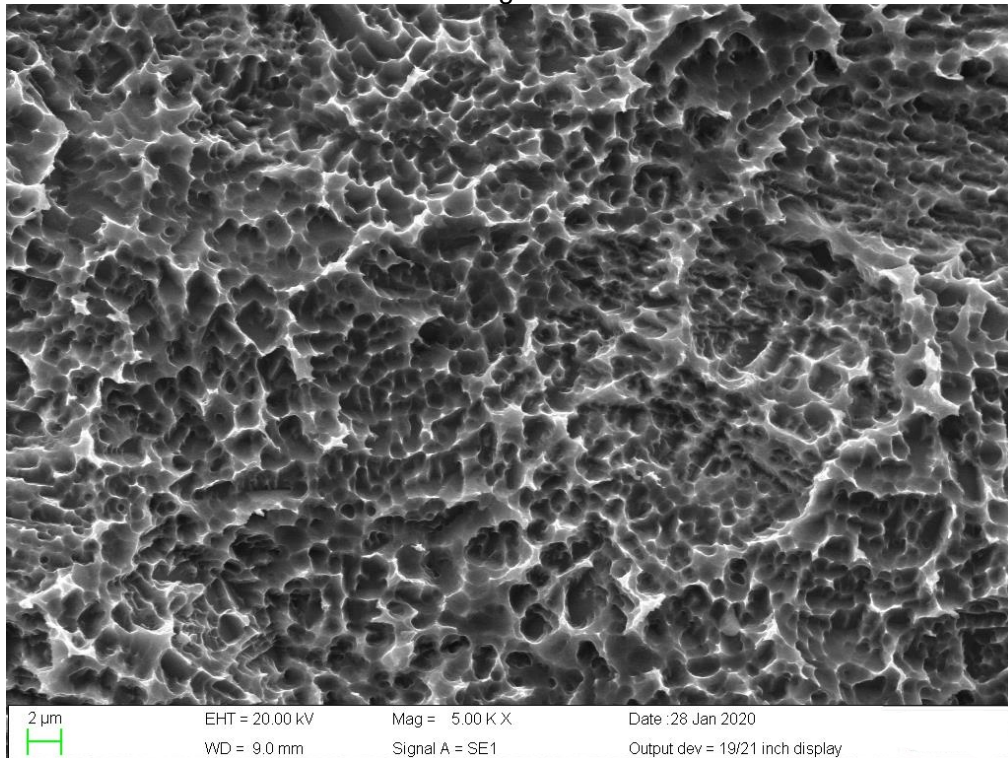


Fig. 10

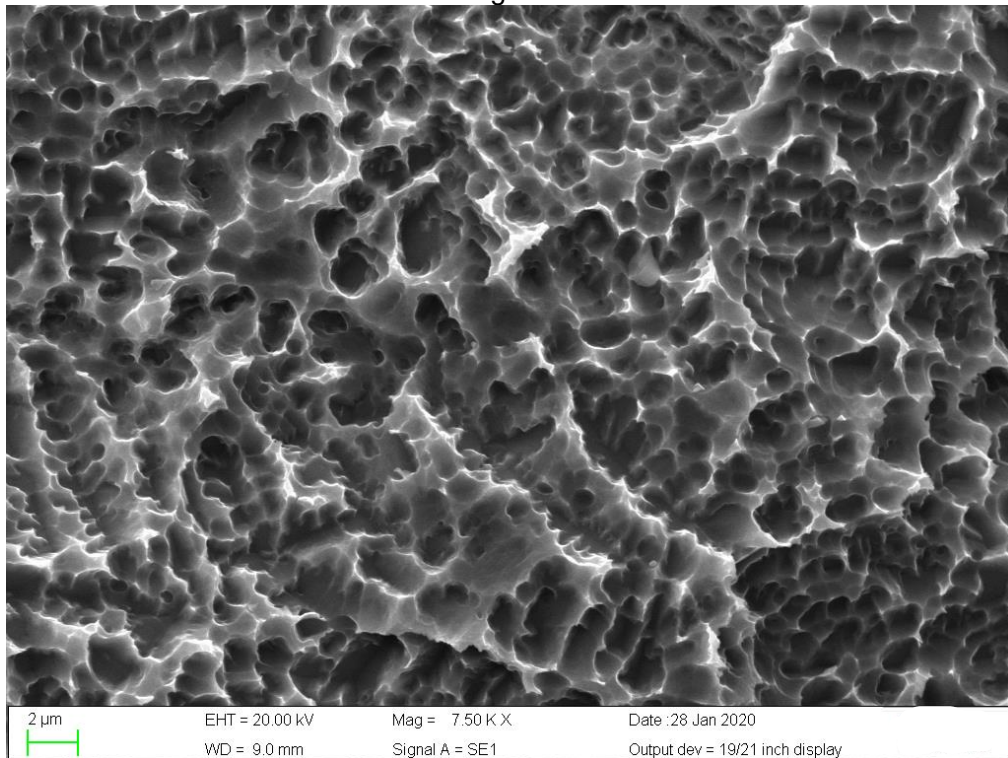


Fig. 11

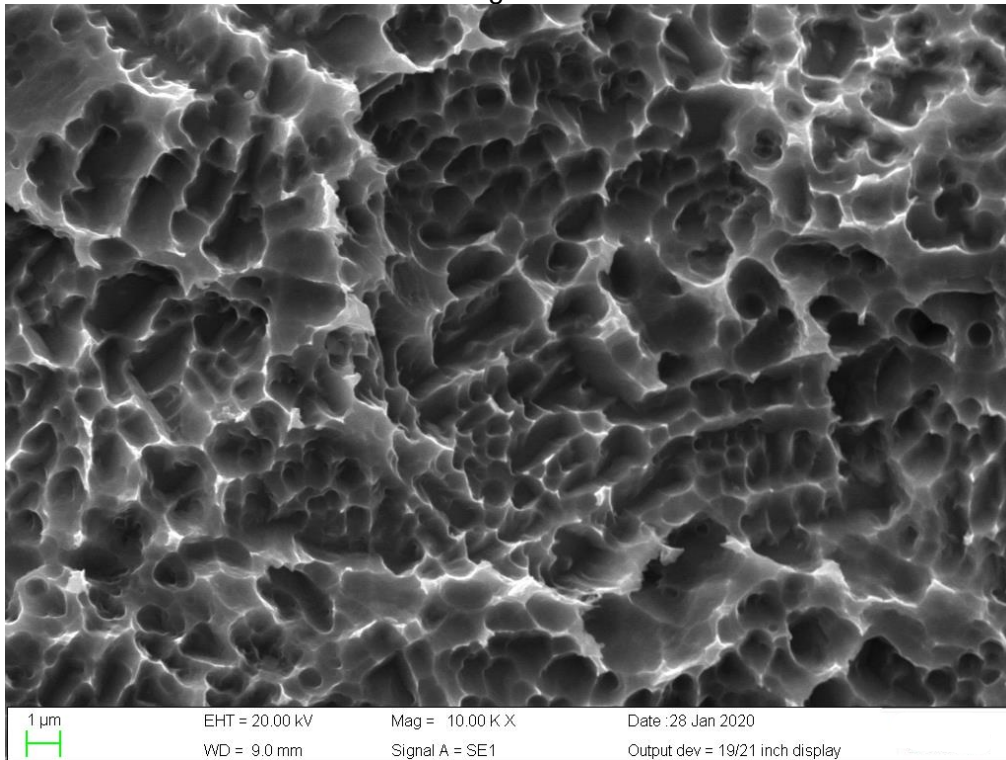
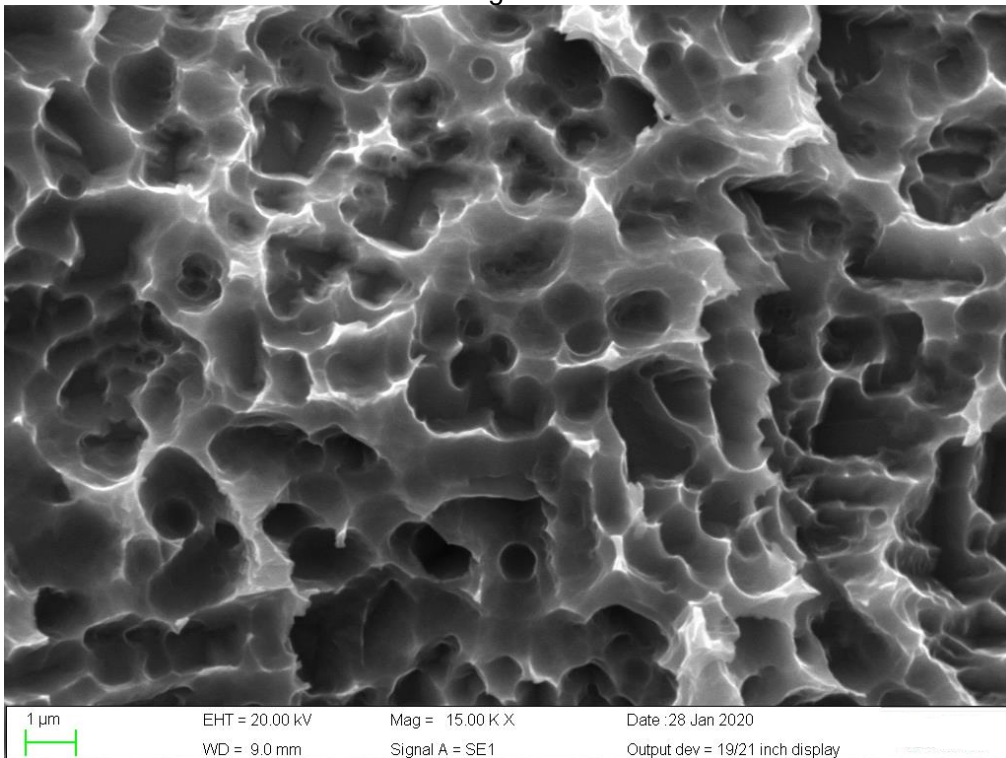


Fig. 12



Conclusioni.

Le analisi eseguite permettono di affermare che l'impianto analizzato presenta una superficie irruvidita, ottenuta mediante sabbiatura con ossido di alluminio e mordenzatura acida sulla quale non permangono residui di agente sabbiante. Non sono stati evidenziati nemmeno residui di altra natura.

La topografia superficiale e' quella attesa per il processo adottato e presenta le caratteristiche note e idonee per l'uso previsto.

La misura quantitativa della composizione chimica superficiale indica l'assenza di contaminanti e valori in linea con le attese e in accordo con i criteri di accettabilita'.