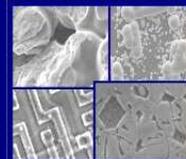




PUCRS

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E
TECNOLOGIA DE MATERIAIS**

Faculdade de Engenharia
Faculdade de Física
Faculdade de Química



PGETEMA

AVALIAÇÃO DA OSSEOINTEGRAÇÃO DE IMPLANTES DE TITÂNIO SUBMETIDOS A DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIES

Renata Pedrolli Renz

Bacharel em Engenharia de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Roberto Hübler

Co-Orientador: Prof. Dr. Rogério Belle de Oliveira

Dissertação realizada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia dos Materiais - PGETEMA, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Tecnologia de Materiais.

**PORTO ALEGRE
2007**

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Roberto Hübler
Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais
Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

Prof. Dr. Rogério Belle de Oliveira
Programa de Pós Graduação em Odontologia
Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

Prof. Dr. Isaac Newton Lima da Silva
Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais
Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

Prof. Dra. Marília Gerhardt de Oliveira
Programa de Pós-Graduação em Odontologia
Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

Aos meus pais e a todos aqueles que acreditam que a construção de um mundo melhor começa na transformação de suas próprias idéias.

AGRADECIMENTOS

Especialmente aos meus pais, Luiz Carlos Renz e Maria Líbera Pedrolli Renz, pelo apoio e financiamento de todo meu curso de Mestrado, sem nunca questionarem minha decisão ou duvidarem da minha capacidade. Muito obrigada por tornarem possível vencer mais uma etapa.

Ao meu orientador, Roberto Hübler, por ter me recebido no GEPSI e acreditado no meu trabalho, mesmo não me conhecendo. Por todo apoio e auxílio que recebi, principalmente pelos esclarecimentos e ensinamentos.

Ao meu co-orientador, Rogério Belle, por ter acreditado nessa pesquisa, por todo apoio e empenho em tornar esse trabalho possível. Pela parceria feita com a empresa que forneceu todo material necessário e, principalmente, pelas cirurgias realizadas.

À Empresa Neodent, pelo financiamento desta pesquisa e fornecimento de todo material utilizado neste trabalho.

À equipe de veterinários da Faculdade de Medicina da UFRGS, por toda ajuda prestada na realização das cirurgias e cuidados com os animais.

À professora Ana Spohr, por permitir o uso dos equipamentos do Laboratório de Materiais da Faculdade de Odontologia da PUCRS e pela atenção e ajuda com os mesmos.

À equipe do Centro de Microscopia e Microanálises da PUCRS, pelo apoio na obtenção das imagens e análises de EDS.

Ao professor Hélio Radke Bittencourt, pela grande ajuda com as análises estatísticas dos dados.

À Gleisse e ao Daniel, que mesmo muito atarefados, não negaram ajuda, principalmente com as cirurgias e limpeza das amostras. Em especial à Gleisse, por ter me deixado usar um bisturi pela primeira vez.

Aos meus amigos e colegas do GEPSI: Catatau, Morango, Pimpolha, Salsicha, Tico, Teco e o novato Forrinha, por estar sempre disposto a animar o pessoal, pelas boas risadas e pelo monte de músicas que me passou e que muitas vezes alegraram

meus dias. E, em especial, ao Guaíba, pelos momentos de brincadeiras e descontrações, pelo incentivo e, principalmente, pela grande ajuda (grande mesmo) com toda a pesquisa, particularmente na hora de cerrar os ossos; ao André, pelo ombro amigo de tantas horas de desabafo, pelas idas à padaria e parceria de doces; ao Blando, pelas conversas e discussões sobre tudo e sobre nada, pelas “aulas” de informática, por me mostrar que o símbolo do Mozilla era uma raposa e não um golfinho (isso mudou minha vida); e ao Alemão, pelas tantas piadinhas sem graça, por todos os momentos de conversa e descontração, por toda ajuda e paciência, por ter se tornado um grande amigo.

Aos meus irmãos, Fernando, Letícia, Rafael e Marcos, e ao meu cunhado, Rafael Maurer, por toda ajuda e incentivo, pelos conselhos, pela paciência que têm comigo. À toda minha família, que sempre esteve ao meu lado, me apoiando e torcendo por mim.

À minhas grandes amigas que se encontram distantes, Michelle e Kamille, que sempre me ajudaram a superar os momentos difíceis e que, assim como eu, acreditam que a distância não separa amizades tão especiais.

A uma pessoa especial e que amo muito, Tiago Vasconi Stoppa, que me fez acreditar que sonhos podem se tornar realidade, mesmo que apenas em partes.

E a todos aqueles que direta, ou indiretamente, contribuíram para a realização desse trabalho, meus sinceros agradecimentos.

RESUMO

RENZ, Renata. **Avaliação da osseointegração de implantes de titânio submetidos a diferentes tratamentos superficiais**. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais). Faculdade de Engenharia, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2007.

O processo de osseointegração está fortemente ligado com as propriedades físico-químicas superficiais dos materiais utilizados em implantes. Pesquisas recentes indicam que o desenvolvimento de superfícies texturizadas aumenta a eficiência deste processo, influenciando diretamente na resposta inicial das células na interface osso/implante, na taxa e na qualidade da formação do tecido ósseo formado. Porém, não foi verificada a melhor relação entre os diversos tipos de tratamentos de superfícies e a adesão óssea ao implante.

O objetivo deste trabalho foi avaliar a osseointegração *in vivo* de implantes de titânio cilíndricos, submetidos a diferentes tratamentos de superfície, através de ensaio mecânico do tipo *pull out*, de acordo com a norma ASTM C 633. A morfologia superficial dos implantes foi caracterizada pelas técnicas de MEV e rugosimetria. A composição química foi avaliada pelas técnicas de EDS e XRF, de acordo com a norma NBR ISO 5832-2, enquanto que, para avaliar a resistência à corrosão, foi utilizada a técnica de Polarização Linear, segundo as recomendações da ASTM F 746.

Os resultados indicaram que a composição química dos grupos de amostras, com exceção do escovado, atende aos limites estipulados quanto ao teor de contaminantes presentes. Os valores de densidade de corrente indicam comportamento de passivação, significativamente abaixo do valor máximo permitido pela norma. Os testes de *pull out* mostraram que 30 dias de cicatrização foram insuficientes para se obter crescimento ósseo satisfatório. De modo geral, pode-se dizer que os resultados obtidos para o grupo de 60 dias indicaram que os valores de rugosidade superficial influenciaram os valores de tensão máxima.

Palavras-chave: implantes dentários, osseointegração, tratamentos de superfície.

ABSTRACT

Osseointegration process is strongly related to superficial physical-chemical properties of materials applied as implants. Recent researches indicate that the development of surfaces treatments increases the efficiency of this process, influencing directly on the initial response of the cells in bone/implant interface, on rate and quality of bone tissue formation. However, the best relationship among several surface treatments processes and bone implant bonding remains unknown.

The aim of this study was to evaluate *in vivo* osseointegration of coin shaped titanium surface treated implants by pull out assays according to ASTM C 633. The implants superficial morphology was characterized using MEV and rugosimetry techniques. Chemical composition was evaluated by means of EDS and XRF analyses according to NBR ISO 5832-2, while corrosion resistance was verified by Linear Polarization technique, according to ASTM F 746.

The results showed that chemical composition of samples groups are in agreement with the limits recommended towards the presence of contaminants, except the brushed group. The current density values indicated passivation behavior, which is significantly lower than the maximum value allowed. The pull out assays showed that 30 days of healing period was insufficient to achieve satisfactory bone healing.

The results obtained for the 60 days samples group demonstrated superficial roughness values which influenced maximum tension values.

Keywords: titanium implants, osseointegration, surface treatments

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Exemplar de prótese dentária fenícia do século IV a.C., descoberto em maio de 1862, pelo Dr. Gaillardot em um sepulcro da necrópole de Sidone, hoje Saída, no Líbano. Fonte [35].	21
Figura 2 Prótese etrusca do século VI a.C. encontrada em um sepulcro de Tarquinia, descritas por Van Marten em 1885. Fonte [35].	21
Figura 3 Fragmento de mandíbula da cultura Maia encontrada na <i>Playa de los Muertos</i> pelo Dr. Wilson Popenoe e sua esposa Dorothy F. Popenoe, em 1931. Fonte: [35]	22
Figura 4 Protótipo da raiz metálica de ouro, idealizada pelo dentista italiano Maggiolo, em 1807, no desenho original de seu livro. Fonte: [34].	22
Figura 5 Esquema do implante de Greenfield de 1901 (A) e o implante modificado, de 1913 (B). Fonte [35].	23
Figura 6 Parafuso helicoidal de Formíggini para infibulação direta endo-alveolar. Fonte: [34].	24
Figura 7 Parafuso espiralado de Andrés Perron, derivação e aperfeiçoamento do parafuso proposto por Formíggini. Fonte: [34].	25
Figura 8 Ilustração dos implantes de Cherchève de 1955 em (A) e já modificados, de 1962, em (B). Fonte [35].	25
Figura 9 Foto dos implantes e brocas especiais idealizados por Sami Sandhaus em 1960. Fonte [35].	26
Figura 10 Desenho primitivo do implante de Muratori de 1963 em (A) e sua versão modificada em 1967, em (B). Fonte [35].	26
Figura 11 Foto dos implantes espiralados <i>Vent-plant</i> , idealizados por Leonard I. Linkow, usados a partir de 1963. Fonte [35].	27
Figura 12 Desenho de um implante de carbono vítreo idealizado por Dale Grenoble. Fonte [35].	28
Figura 13 Três tipos básicos de implantes. De cima para baixo: implantes do tipo parafuso; implantes cilíndricos e implantes laminados. Fonte [36].	29
Figura 14 Sistema de implantes Brånemark. Fonte [36].	29
Figura 15 Sistema de implantes IMZ. Fonte [36].	30

Figura 16	Implantes do sistema ITI. Fonte [36].	30
Figura 17	Implantes do sistema Ha–Ti, de formato parafuso cônico autorosqueável. Fonte [36].	30
Figura 18	Secção transversal da mandíbula de um macaco mostrando padrões variáveis de ossos trabecular e cortical: (1) trabécula fina; (2) trabécula grossa; (3) compacto poroso e (4) compacto denso. Fonte [50].	38
Figura 19	Diagrama contendo alguns dos componentes mais importantes presentes na interface osso/implante em diferentes níveis de resolução. Fonte [53]	39
Figura 20	Visão geral do processo de evolução fisiológica da cicatrização óssea na região em contato com o implante de acordo com o tempo. Fonte [53].	41
Figura 21	Diagrama representativo da biologia da osseointegração. Fonte [53].	42
Figura 22	Espectros sobrepostos de BaTiO ₃ obtidos por EDS (seta preta) e XRF (seta azul). Fonte [60].	55
Figura 23	Curva tensão – deformação de um implante de titânio inserido em tíbia de ovelha obtida em um ensaio de <i>pull out</i> .	58
Figura 24	Em (a): ilustração do implante no formato de cilindro. Em (b): implantes fornecidos pela empresa, embalados e esterilizados.	61
Figura 25	Em (a) Exposição e anti-sepsia do campo a ser operado; (b) Tricotomia da região; (c) Exposição da cortical óssea pelo afastamento dos tecidos moles e periósteo; (d) Adaptação do <i>template</i> para a marcação dos locais de inserção dos implantes; (e) Marcação do local dos implantes; (f) Aplainamento da cortical óssea; (g) Inserção dos implantes; (h) Sutura da ferida operatória.	67
Figura 26	Amostras adaptadas no porta amostras para ensaio de resistência à corrosão.	69
Figura 27	Em (a): imagem de uma amostra fixada em resina acrílica. Em (b): imagem de uma amostra presa ao dispositivo de garras do equipamento de tração mecânica.	70
Figura 28	Resultados de composição química obtidos para amostra do grupo E. Em (a): espectro de EDS, indicando não haver presença de contaminantes. Em (b): Difratoograma de XRF indicando presença de contaminante de ferro.	72
Figura 29	Resultados de composição química obtidos para amostra do grupo F. Em (a) espectros de EDS, indicando presença de contaminantes de oxigênio e ferro e alumínio. Em (b): difratogramas de XRF indicando presença de contaminantes de ferro e zinco.	73
Figura 30	Gráfico das rugosidades R _a obtidas para os cilindros de titânio.	76
Figura 31	Micrografias da Amostra 1 do grupo A, onde pode ser observadas as marcas de usinagem na superfície. Em A: aumento de 900 x. Em B: aumento de 3000 x. Imagens obtidas no modo SE.	77
Figura 32	Em (a): micrografia da amostra do grupo B. Em (b): micrografia da amostra do grupo C. Em (c): micrografia da amostra do grupo D. Em (d):	

micrografia da amostra do grupo E. Aumentos de 600 x, imagens obtidas no modo SE.....	78
Figura 33 Em (a) e (b): micrografias da amostra do grupo F, aumentos de 150 e 600 x, respectivamente. Em (c) e (d): micrografias da amostra do grupo G, aumentos de 150 e 600 x, respectivamente. Imagens obtidas no modo SE.....	79
Figura 34 Em (a): curvas dos potenciais de repouso obtidas para as amostras após o período de avaliação do potencial aberto. Em (b): valores finais dos potenciais.	80
Figura 35 Em (a): curvas de densidade de corrente obtidas para as amostras após o teste de resistência à corrosão. Em (b): valores finais das densidades de corrente.	81
Figura 36 Gráfico comparativo entre a média geral das tensões máximas com a média obtida apenas para a ovelha 4.....	84
Figura 37 Gráfico comparativo entre as tensões médias e os valores médios de rugosidade R_a	87
Figura 38 Relação entre as médias dos valores de tensão com os valores de rugosidade.....	88
Figura 39 Micrografias após teste de <i>pull out</i> das superfícies das amostras do grupo de 30 dias, mostrando a quantidade de matéria orgânica (MO) aderida ao metal (M). Aumentos de 150 x. Em (a) e (b) amostra do grupo F. Imagens no modo SE e BSE, respectivamente. Em (c) e (d) amostra do grupo C. Imagens no modo SE e BSE, respectivamente.....	89
Figura 40 Micrografias após teste de <i>pull out</i> das superfícies das amostras do grupo de 60 dias mostrando a quantidade de matéria orgânica (MO) aderida ao metal (M). Aumentos de 300 x. Em (a) e (b) amostra do grupo F. Imagens no modo SE e BSE, respectivamente. Em (c) e (d) amostra do grupo C. Imagens no modo SE e BSE, respectivamente.....	90
Figura 41 Micrografias das regiões de matéria orgânica. Em (a) amostra do grupo C, em (b) amostra do grupo F. Aumento de 900 x.....	91
Figura 42 Micrografia da superfície da amostra do grupo F onde podem ser vistos halos de inibição devido contaminação por ferro na superfície do implante. Aumento de 600 x.	91

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Propriedades físicas do titânio no seu estado não ligado.....	34
Tabela 2 Classificação do titânio comercialmente puro de acordo com sua composição química.....	35
Tabela 3 Propriedades mecânicas dos tipos de titânio comercialmente puro.....	36
Tabela 4 Composição típica e espessura da camada óxida da superfície do CP-Ti usinado e mecanicamente polido.....	37
Tabela 5 Visão geral das modificações de superfície feitas em implantes de titânio e suas ligas.....	48
Tabela 6 Classificação dos grupos de implantes de acordo com o tratamento superficial utilizado.....	62
Tabela 7 Distribuição dos implantes de acordo com a região cortical óssea na qual foram inseridos.....	63
Tabela 8 Comparativo entre os resultados quantitativos obtidos pelas técnicas de EDS e XRF dos contaminantes presentes. Percentuais em peso.....	74
Tabela 9 Resultados de rugosimetria obtidos para os cilindros de titânio.....	75
Tabela 10 Análise estatística de Tukey referente aos valores de rugosidade obtidos para as amostras.....	76
Tabela 11 Valores máximos de tensão obtidos para os implantes inseridos por 30 dias, de acordo com a ovelha na qual foram implantados.....	82
Tabela 12 Valores máximos de tensão obtidos para os implantes inseridos por 60 dias, de acordo com a ovelha na qual foram implantados.....	83
Tabela 13 Resultado da análise estatística de Tukey para os valores de tensão obtidos.....	85
Tabela 14 Comparação entre valores de tensão máxima de ruptura obtidos nesta pesquisa com os valores encontrados em pesquisas similares encontradas na literatura.....	86

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

Å	Ângstrom	10^{-10} m
µm	Micrometro	10^{-6} m
A	Área	m ²
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas	
Al	Alumínio	
ASM	<i>American Society of Metals</i>	
ASTM	<i>American Society for Testing and Material</i>	
C	Carbono	
CBS	<i>Cristal Bone Sern</i>	
ccc	Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado	
CEM	Centro de Microscopia e Microanálises	
CEP	Comitê de Ética em Pesquisa	
CP–Ti	<i>Comercial Pure Titanium</i>	
Cu	Cobre	
EDS	Espectroscopia	
ELI	<i>Extra Low Interstitial</i>	
Fe	Ferro	
GEPSI	Grupo de Estudos de Propriedades de Superfícies e Interfaces	
H	Hidrogênio	
hcp	Estrutura cristalina hexagonal compacta	
Ha-Ti	<i>Hand–Titanium</i>	
ITI	<i>International Team for Implantology</i>	
m	Metro	
Mo	Molibdênio	

MPa	Mega Pascal	$\frac{N}{mm^2}$
N	Newton	$\frac{kg.m}{s^2}$
N	Nitrogênio	
Ni	Níquel	
nm	Nanômetros	$10^{-9} m$
O	Oxigênio	
Pa	Pascal	$\frac{N}{m^2}$
Pd	Paládio	
PUCRS	Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul	
Si	Silício	
Ti	Titânio	
V	Vanádio	
XRF	Espectrômetro Seqüencial de Fluorescência de Raios X	
XPS	Espectroscopia Fotoeletrônica de Raio X	
Zn	Zinco	

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVAS.....	16
2 ESTADO DA ARTE	20
2.1 EVOLUÇÃO DA IMPLANTODONTIA.....	20
2.2 MATERIAIS PARA IMPLANTES	31
2.2.1 Titânio e suas ligas.....	32
2.3 TECIDO ÓSSEO E O PROCESSO DE OSSEOINTEGRAÇÃO.....	37
2.4 RELAÇÃO ENTRE RUGOSIDADE SUPERFICIAL E OSSEOINTEGRAÇÃO.....	42
2.4.1 Pesquisas feitas <i>in vitro</i>	44
2.4.2 Pesquisas feitas <i>in vivo</i>	45
2.5 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE	46
2.5.1 Jateamento de Partículas.....	49
2.5.2 Ataque Ácido	50
2.5.3 Anodização e Passivação	51
2.6 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO	52
2.6.1 Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Energia Dispersa	53
2.6.2 Espectroscopia por Fluorescência de Raios X.....	54
2.6.3 Rugosimetria	55
2.6.4 Ensaio de Resistência à Corrosão	56
2.6.5 Ensaio de Resistência à Tração Mecânica (<i>Pull out</i>).....	57
3 METODOLOGIA	60
3.1 MODELO ANIMAL	60
3.2 POPULAÇÃO E AMOSTRA.....	61
3.3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	63

	15
3.3.1 Tratamentos de Superfície	63
3.3.1.1 Tratamentos Padrões da Empresa	63
3.3.1.2 Escovamento e Ataque Ácido	64
3.3.2 Técnica Cirúrgica	64
3.3.3 Preparação das amostras para análises de caracterização.....	68
3.3.4 Preparação das Amostras para Ensaio de <i>Pull Out</i>	70
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	72
4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS IMPLANTES DE TITÂNIO	72
4.1.1 Composição Química	72
4.1.2 Morfologia Superficial.....	75
4.1.3 Resistência à Corrosão	79
4.2 AVALIAÇÃO DA OSSEOINTEGRAÇÃO.....	81
5 CONCLUSÃO	92
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS E SUGESTÕES	93
REFERÊNCIAS.....	95
ANEXO A	100
ANEXO B	102
APÊNDICE A	104
APÊNDICE B	105

1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVAS

Implantes metálicos endósseos têm se tornado uma alternativa muito importante para a Implantologia, sendo que a otimização das propriedades da interface osso/implante continua sendo um problema em aberto [1-3]. A maioria das falhas dos implantes surge nas primeiras oito semanas depois de sua inserção, em virtude do modo lento de reparação óssea. Em consequência, a adequação em aplicar carga imediata é restrita. O crescimento rápido da Implantologia e as inovações de técnicas de tratamentos de superfícies mostram a existência de métodos alternativos, cuja aplicação tende a reduzir o risco de falhas durante a fase inicial do tratamento [4].

Muitas teorias foram propostas para os fenômenos que ocorrem quando a superfície de um material é colocada em contato com um sistema biológico [5,6], sendo que a questão-chave nas aplicações de biomateriais é como o material influencia e como é influenciado pela resposta biológica resultante deste contato material/sistema biológico [7-9]. Dessa forma, as propriedades originais de um material implantado constituem uma condição importante para as dinâmicas que ocorrem na interface osso/implante, as quais incluem tanto as propriedades químicas como estruturais, da escala macroscópica ao nível atômico, influenciando diretamente a taxa e a qualidade da formação do novo tecido ósseo [1,7-15].

A biocompatibilidade de um material está altamente relacionada ao comportamento das células em contato e, em particular, à adesão celular na sua superfície. No caso de implantes ortopédicos e ortodônticos, a formação de uma interface firme é de grande importância para garantir sua longa funcionalidade. Isto implica em uma boa junção entre a superfície do material implantado e o tecido ósseo, sem nenhuma interface de tecido fibroso entre eles [9,13,18]. Além disso, a

presença de ligações químicas ou físico-químicas entre o implante e o osso também são importantes [1]. O objetivo é garantir uma ligação mecânica adequada, diminuindo o tempo de tratamento do paciente, através da redução do tempo de integração do implante ao tecido ósseo [9]. Para isto, muitos fatores devem ser levados em consideração, como material utilizado, design do implante, condições da superfície do implante, técnica cirúrgica, estado do tecido hospedeiro e as condições de cargas que estarão agindo sobre o implante [15-17].

O crescimento ósseo ao redor da superfície do implante ocorre através de um processo gradual de mineralização direcionado ao implante, não tendo seu início na sua superfície. Baseado nisto, a superfície usinada do titânio pode ser considerada como uma superfície permissiva para a mineralização gradual do osso, mas não como uma superfície ósseo-indutora. Para que a osseointegração ocorra de maneira mais acelerada, os implantes devem induzir respostas positivas das células ao redor do implante e dos tecidos, assim como assegurar a adesão celular [18]. É importante ressaltar que nenhum material para implante cirúrgico demonstra ser completamente livre de reações adversas no corpo humano. Entretanto, experiências clínicas prolongadas do emprego do titânio mostram que um nível aceitável de resposta biológica pode ser esperado quando o material é usado em aplicações apropriadas [19].

Muitos tratamentos de superfícies têm sido empregados aos biomateriais com o intuito de otimizar suas propriedades de superfície, visando aumentar a fixação das células ao implante, aumentando assim, a osseointegração. O desenvolvimento e o uso dessas técnicas baseiam-se na teoria de que o aumento do contato osso/implante pode ser atingido pela mudança da topografia ou pelo aumento da rugosidade superficial do implante [1,10,15,20,21]. Esses tratamentos incluem processos de modificação da topografia e da rugosidade superficial, como jateamento de partículas [12,13], ataque ácido [14,22-24], anodização eletroquímica, recobrimento com camada de materiais biocompatíveis [2,17,25], técnicas de implantação iônica [9,16,26] e técnicas de aspersão a plasma. Algumas dessas técnicas são atualmente utilizadas em implantes comercializados no mercado mundial [16].

Os tratamentos de superfície baseados em recobrimento (deposição de camadas) apresentam alguns problemas quanto à existência de uma interface

adicional entre a camada depositada e a superfície do biomaterial, a qual pode vir a comprometer a vida útil do implante, especialmente quando este estiver submetido a ciclos repetitivos de esforços. Como alternativa para esse problema, as técnicas de tratamentos de superfícies que não formam interface adicional têm sido amplamente estudadas, tanto *in vitro* como *in vivo*, com resultados satisfatórios em termos de melhoras na osseointegração [27]. Dentre elas, o jateamento de partículas apresenta algumas vantagens na modificação da superfície; pois, além de ser um processo de baixo custo, nessa técnica não há risco de se gerar danos adicionais às propriedades físico-químicas da superfície do implante, devido à elevada temperatura de trabalho, como ocorre nos processos de recobrimento. Pelo contrário, o aumento da rugosidade causada pelo jateamento potencializa essas propriedades [27,28]. De fato, estudos indicam que a tensão de cisalhamento de implantes jateados pode atingir valores cinco vezes maiores que implantes que apresentam superfície lisa [4,14,20]. Em contra partida, devido à elevada pressão com que as partículas atingem a superfície do implante, algumas delas podem ficar cravadas na superfície, contaminando-a [15,22,27]. Além disto, a taxa de liberação de íons de titânio de um implante rugoso é maior que a de um implante liso, o que pode ser prejudicial para a osseointegração.

Com esse intuito, o ataque ácido tem sido empregado como técnica complementar ao jateamento, uma vez que este permite a eliminação dos defeitos causados pelo processo de jateamento através da remoção das partículas cravadas na superfície e pela criação de microporos secundários na macrotextura da rugosidade, tornando-a mais regular e conferindo melhores propriedades à superfície [27-29].

A utilização de ensaios biomecânicos como método para caracterizar as propriedades mecânicas da interface osso/implante, como torque de remoção e contra-torque, é defendida por muitos pesquisadores [30-33]. Contudo, nos sistemas de testes convencionais utilizados, foi provada a dificuldade de separar-se os efeitos biológicos da ligação osso/implante da retenção mecânica do implante ao osso, devido ao seu formato [31]. O efeito da rugosidade superficial na adesão óssea em implantes de titânio inseridos em tíbias de coelhos foi estudado através da técnica de *pull out*. Para minimizar os efeitos de retenção mecânica de forças de cisalhamento e fricção, introduzidas pelo formato do implante e por sua rugosidade

superficial, foram desenvolvidos implantes de titânio no formato de cilindros, o que se constitui em nova metodologia para avaliação de osseointegração que, apesar de mais complexa, fornece resultados mais precisos para a avaliação do tratamento superficial em testes *in vivo*, uma vez que a força de ligação química entre o osso e o implante pode ser medida diretamente [31-33].

Assim sendo, este trabalho tem por objetivo avaliar, pelo método de *pull out*, o grau de osseointegração obtido em implantes de titânio comercialmente puro, na forma de cilindros, submetidos a diferentes tratamentos de superfície e inseridos em modelo experimental animal (ovelha).

2 ESTADO DA ARTE

2.1 Evolução da Implantodontia

Implantação é um procedimento cirúrgico, no qual substitui-se algum órgão ausente, ou parte dele, por elementos inertes e bem tolerados pelo organismo. [34]. O homem, desde os tempos remotos, procura substituir os órgãos dentais ausentes através de próteses confeccionadas em marfim, pedra, ou mesmo utilizando órgãos dentais extraídos de animais, ou do próprio homem [34-36]. Porém, por muitos anos os implantes foram considerados por pesquisadores como uma prática *post mortem*, como sendo parte de rituais funerários [34,35].

Convém ressaltar que para se analisar a evolução da Implantodontia é preciso considerar a existência de duas fases bem distintas: uma empírica e outra científica. A fase empírica, onde os implantes eram aplicados com pouca ou nenhuma chance de sucesso, constitui o início da Implantodontia, desde o primeiro momento que o homem teve a necessidade de substituir um órgão dental. O seu fim, segundo alguns pesquisadores, se deu em 1860, quando começou a surgir, não só no campo da Odontologia, como no da Medicina, um impulso causado pelas grandes investigações científicas. Com o avanço e o progresso da ciência e da tecnologia, o homem moderno obteve alicerces para começar a derrubar conceitos e tabus criados pelos seus antepassados, ocasionando uma revolução nestes campos [35].

Embora alguns pesquisadores afirmem que a arte dentária tenha surgido na velha Mesopotâmia, e que se tenha registro de documentos médicos e odontológicos da época do povo egípcio antigo – o papiro de EBERS, descoberto em 1873 – a prótese dentária mais antiga que se tem registro é de origem fenícia. A

Figura 1 mostra uma prótese do século IV a.C., que se compõe de seis dentes ligados por um fio de ouro puro, tendo o central direito e o lateral direito de outro indivíduo com a função de substituir os dois órgãos ausentes [35].

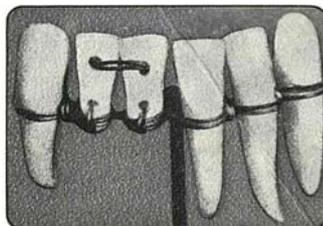


Figura 1 Exemplar de prótese dentária fenícia do século IV a.C., descoberto em maio de 1862, pelo Dr. Gaillardot em um sepulcro da necrópole de Sidone, hoje Saída, no Líbano. Fonte [35].

Uma extensa prótese etrusca, aproximadamente do século VI a.C., foi encontrada em um dos mais antigos sepulcros de Tarquinia, hoje Cornetto na Itália. Descrita pela primeira vez por Van Marten em 1885, apresenta sete aros de ouro, que vão do canino direito até o primeiro molar esquerdo. Cinco aros envolviam, em vivo, os dentes naturais (dos quais restam o canino e o lateral direito). O segundo pré-molar esquerdo era postiço (e hoje ausente), e os dois centrais e o lateral esquerdo são substituídos por um único central de boi, dentro de um grande aro, fixado por duas barrinhas rebatidas, como pode ser vista na Figura 2 [35].

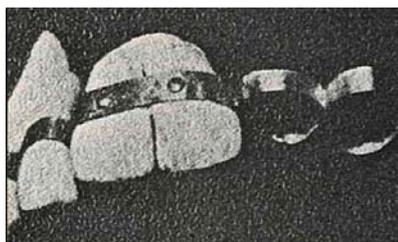


Figura 2 Prótese etrusca do século VI a.C. encontrada em um sepulcro de Tarquinia, descritas por Van Marten em 1885. Fonte [35].

No ano de 1931, na *Playa de los Muertos* em Honduras, foi encontrado um fragmento de mandíbula que pertencia à cultura dos Maias faltando três incisivos inferiores naturais, os quais foram substituídos por outros três dentes artificiais implantados confeccionados com valvas de conchas, mostrado na Figura 3. A peça está conservada no *Peabody Museum* da Universidade de Harvard [34,35]. Segundo alguns pesquisadores, esta peça representa verdadeiramente o primeiro implante

aloplástico na história da humanidade, uma vez que o fragmento de mandíbula descrito por Robert Rolins Andrews, em 1980, foi perdido [34].

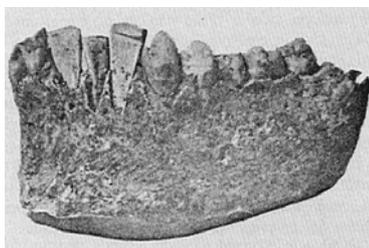


Figura 3 Fragmento de mandíbula da cultura Maia encontrada na *Playa de los Muertos* pelo Dr. Wilson Popenoe e sua esposa Dorothy F. Popenoe, em 1931. Fonte: [35]

No início da Era Moderna, em 1700, Pierre Fauchard, cognominado “Pai da Odontologia Moderna”, publicou notável obra em 1728: “*Lê Chirurgien Dentiste ou Traité Dês Dentes*”, que deu origem à odontologia científica. Dentre os diversos assuntos tratados, Pierre fala sobre próteses, ensinando a confeccionar pivôs, bem como dentaduras individuais com gengivas coloridas e com dentes esmaltados [34,35].

No ano de 1746, Philipp Pfaff, dentista de Frederico o Grande, redige o primeiro tratado de odontologia alemã, em que ensinava o preparo de modelos de gesso após a modelagem na prótese dentária. Já no fim do século, em 1788, surge a grande inovação da prótese, os dentes de porcelana, feitos por Nicolas Dubois de Chémant [35].

Na França, no ano de 1807, um dentista italiano chamado Maggiolo, idealizou uma raiz metálica de ouro, que servia de sustento a um verdadeiro dente a pivô [34]. O desenho ilustrativo do protótipo, em seu conjunto e em suas partes constituintes, aparece em seu livro *Lê Manuel de l’Art du Dentiste*, o qual é mostrado na Figura 4.



Figura 4 Protótipo da raiz metálica de ouro, idealizada pelo dentista italiano Maggiolo, em 1807, no desenho original de seu livro. Fonte: [34].

Após 1890, revistas específicas de odontologia sugerem a introdução de pequenos cilindros construídos com rede de platina e tendo um pivô rígido externo, para servir de sucessivo suporte à prótese [34].

No ano de 1901, Edwin J. Greenfield, de Kansas nos EUA, patenteou um suporte para dentes artificiais que hoje é considerado um dos primeiros implantes aloplásticos endósseos, confeccionado em irídio e platina, onde seu desenho foge da forma costumeira da época em imitar os dentes ou as raízes dos dentes naturais. Alguns anos mais tarde, em 1913, Greenfield modificou o desenho de seu implante [35]. A Figura 5 ilustra os desenhos dos implantes de 1901 e 1913.

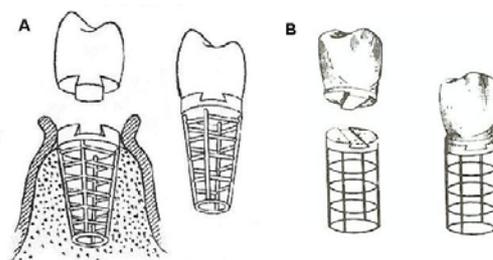


Figura 5 Esquema do implante de Greenfield de 1901 (A) e o implante modificado, de 1913 (B). Fonte [35].

Nessa mesma época, em 1909, Albim Lambotte foi o primeiro a chamar a atenção do mundo sobre a ação das reações eletrolíticas desfavoráveis de vários metais, quando colocados em contato, ou na intimidade, de tecidos orgânicos. Logo de início ele concluiu que quanto maior o corpo estranho introduzido no organismo, maior a oportunidade para a introdução e formação de infecção. Observou também que o cobre não era bem tolerado pelos tecidos e que sofria uma verdadeira rejeição, e que o fio de aço, quando recoberto com outro metal, era corroído muito mais depressa, provavelmente pela ação eletrolítica [35].

A partir daí, durante as três décadas seguintes, muitos pesquisadores estudaram o comportamento de diversos metais e ligas metálicas quando em contato com o meio fisiológico. Mas, na realidade, foram os pesquisadores Venable, Stuch e Beach que estudaram mais profundamente a ação eletrolítica que se produz quando os metais são atacados pelos fluidos dos tecidos orgânicos, publicando seus estudos no ano de 1937. Segundo os pesquisadores, metais com potenciais elétricos diferentes, colocados no osso humano, provocavam uma verdadeira bateria e que a d.d.p. (diferença de potencial) produzida era diretamente proporcional à

diferença de potencial dos metais. Com base nesses estudos, começaram a surgir várias técnicas e desenhos de implantes odontológicos e foi possível melhorar as técnicas em Traumatologia e Ortopedia, como também na Cirurgia Plástica e na Cardiologia [35].

Depois de Greenfield, houve pouca inovação no campo da Implantodontia, embora muitos pesquisadores tentassem desenvolver novos implantes com formatos e materiais diferentes, até surgirem os irmãos Strock, os quais realizaram suas pesquisas utilizando implantes em forma de parafusos confeccionados em cromo-cobalto-molibdênio (*Vitallium*) [34,36].

De acordo com alguns pesquisadores, em razão dos insucessos, da grande insegurança e da falta de conhecimentos de base em vigor até 1937, a publicação dos resultados das pesquisas de Venable, Stuch e Beach foi o marco inicial da etapa científica da Implantodontia [35]. Contudo, alguns pesquisadores afirmam que a verdadeira história da implantodontia endóssea aloplástica começa em 1947, com M. Salvatore Formíggini, o qual projetou um parafuso helicoidal para infibulação direta endo-alveolar, inicialmente obtido de um fio de aço inoxidável, mostrado na Figura 6 [34].



Figura 6 Parafuso helicoidal de Formíggini para infibulação direta endo-alveolar.
Fonte: [34].

Após a “revelação” de Formíggini, com o passar do tempo o emprego prático do parafuso mostrou falhas e defeitos, apesar da existência de casos bem sucedidos. Muitos pesquisadores propuseram diversas modificações e aperfeiçoamentos dos protótipos existentes, os quais todos tinham como ponto de partida a característica genérica de serem parafusos ocos, inspirados pela morfologia do parafuso sugerido por Formíggini. Dentre os pesquisadores destaca-se o espanhol Andrés Perron, recalando muito perto os passos de Formíggini com um parafuso espiralado, bastante elástico e com núcleo sólido, ilustrado na Figura 7 [34].



Figura 7 Parafuso espiralado de Andrés Perron, derivação e aperfeiçoamento do parafuso proposto por Formiggini. Fonte: [34].

Em 1955, o francês Raphael Cherchève consegue um dos mais práticos e bem sucedidos implantes, o qual era feito de cromo-cobalto, modificando o desenho original de Formiggini, mantendo as espirais bem juntas e uma coluna longa. Em 1962, propõe modificações em seu implante, desenhando-o espiralado em hélice dupla. A Figura 8 figura ilustra o implante de 1955, e a versão modificada, de 1962. Entretanto, a maior contribuição de Cherchève foi quanto ao método de inserção dos implantes, desenhando brocas próprias e especiais e um instrumental próprio para os implantes. Com isso, a Implantodontia deu novo passo à frente [35].

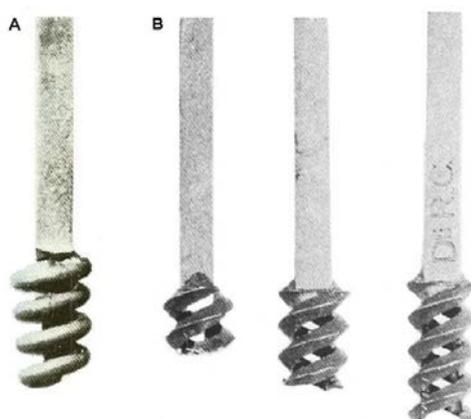


Figura 8 Ilustração dos implantes de Cherchève de 1955 em (A) e já modificados, de 1962, em (B). Fonte [35].

Muitos estudiosos tentaram desenhar, confeccionar e aplicar diversos tipos de implantes [34,37]. Entre eles, Max Jeanneret, que tentou usar implantes espiralados em locais onde havia osso alveolar insuficiente; P. Pretto, que chamou seu protótipo de “implante trombone” pela semelhança com o instrumento musical; Stefano Tramonte, que se baseou em parafusos ortopédicos para projetar um implante com roscas largas e bem separadas uma das outras; George Trattner, cujo implante, além de apresentar uma longa haste e espiras, continha uma mola com a finalidade de dar ao implante certa mobilidade, a fim de amortecer o impacto mastigatório [35].

Uma outra abordagem em condensação do osso em torno do implante foi tomada pelo suíço Sami Sandhaus, que idealizou seus implantes em safira sintética (AlO_2) no ano de 1960, chamando-os de CBS (*Cristal Bone Sern*) [35]. Os implantes e brocas projetados por Sandhaus são mostrados na Figura 9.

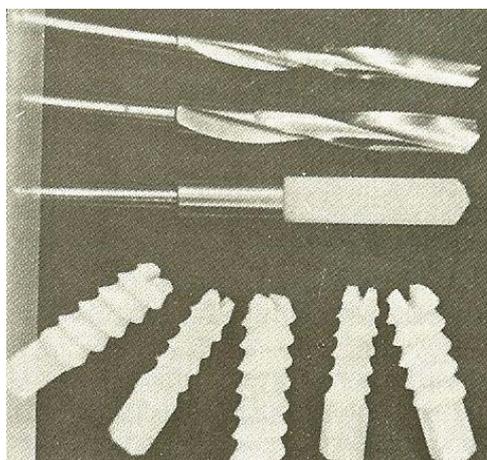


Figura 9 Foto dos implantes e brocas especiais idealizados por Sami Sandhaus em 1960. Fonte [35].

Outro implantodontista que muito contribuiu para a evolução dessa área foi o italiano Giordano Muratori que, em 1963, lançou o seu implante de espira apresentando uma haste longa rosqueada na região profunda. Era formado por duas peças, com um parafuso que se ajustava a haste rosqueada. No ano de 1967, Muratori modificou o desenho inicial, o que resultou na redução do perigo de invaginação de tecidos moles [35]. A Figura 10 mostra os desenhos inicial e após a modificação da base sólida de seu implante.

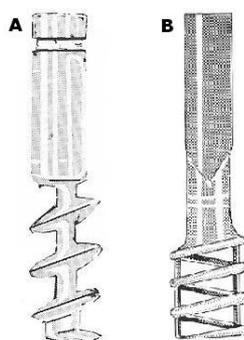


Figura 10 Desenho primitivo do implante de Muratori de 1963 em (A) e sua versão modificada em 1967, em (B). Fonte [35].

Também no ano de 1963, Leonard I. Linkow apresenta o seu implante denominado *Vent-plant*, com espiral fechada e uma abertura na base para permitir o

crescimento do osso e ancoragem do implante [35]. A Figura 11 mostra os diversos modelos de implantes do tipo *Vent-plant* idealizados pelo americano Linkow, feitos em cromo, níquel e vanádio. Depois de testar a idéia de Sanhaus, Linkow desenvolveu novos implantes, revestidos com safira sintética.

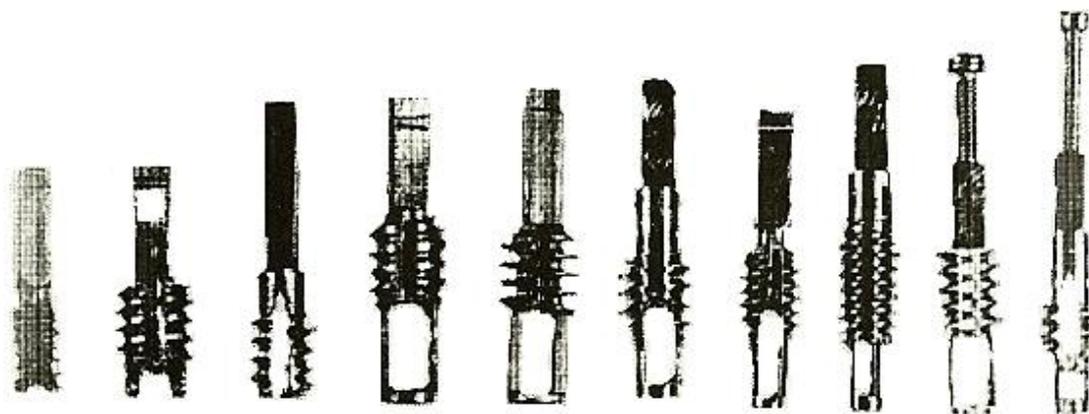


Figura 11 Foto dos implantes espiralados *Vent-plant*, idealizados por Leonard I. Linkow, usados a partir de 1963. Fonte [35].

Durante os estudos feitos nas décadas de 50 e 60, pelo professor sueco Per-Ingvar Brånemark e seus colaboradores, acidentalmente foi descoberto um mecanismo alternativo de fixação durante um trabalho experimental. O médico Brånemark se interessava pela microcirculação óssea e pelos problemas de cicatrização. Ele estudava isso através do microscópio vital, uma técnica onde uma fina camada de tecido vivo é preparada e examinada sob o microscópio. Para facilitar, ele usava câmeras ópticas construídas em tântalo ou titânio, e que foram instaladas cirurgicamente no osso de animais de experiência. Essa técnica não era nova. O que a distinguiu, no entanto, foi que, quando o metal titânio era usado na câmara de observação e a peça era introduzida no osso através de uma técnica cirúrgica, o osso aderiu ao metal com grande tenacidade. A estrutura metálica tornava-se incorporada ao osso vivo numa forma que se imaginava ser impossível. Brånemark chamou esse mecanismo de fixação de osseointegração e começou a estudar esse fenômeno em detalhe [36].

Baseados nos estudos de Brånemark iniciaram-se diversos estudos experimentais objetivando o desenvolvimento de implantes endósseos para a ancoragem segura de estruturas protéticas. Com isso, a implantodontia pôde alcançar o reconhecimento científico e os índices de sucesso que hoje são relatados [36].

Em 1971, Dale Grenoble, da Escola de Odontologia da Universidade da Carolina do Sul, nos Estados Unidos, idealiza o implante feito de carbono vítreo. Esse material já estava sendo estudado e aplicado desde 1946 por Mc Cutcheon. Mas, somente em 1973, que Grenoble desenvolve um sistema de substituição de raiz dental com carbono vítreo, após experiências em animais e após o desenho do implante ser estudado com auxílio de ferramentas computacionais [35]. A Figura 12 ilustra um desenho de um implante de carbono vítreo mostrando em (A) cabeça ou núcleo do implante; (B) colo do implante e (C) corpo do implante.

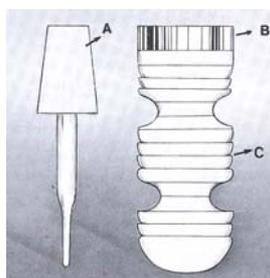


Figura 12 Desenho de um implante de carbono vítreo idealizado por Dale Grenoble. Fonte [35].

Atualmente, com relação à forma, é possível se fazer distinção entre os implantes em forma de parafuso, implantes cilíndricos (exibindo simetria de rotação) e os implantes laminados (implantes de extensão). Existem mais de 100 diferentes tipos de sistemas de implantes dentários disponíveis comercialmente no mundo [36]. A Figura 13 mostra uma foto com implante nas três formas básicas que constituem os sistemas de implantes atuais.

Na Figura 14 são mostrados os implantes do sistema Brånemark, um dos mais conhecidos e utilizados no mundo. Na Figura 15 é mostrado o sistema de implantes IMZ. A grande diferença entre o implante IMZ e todos os outros sistemas relevantes é o componente elástico inserido entre o implante e a superestrutura protética. Na Figura 16 é mostrado o sistema de implantes desenvolvido pelo *International Team for Implantology* (ITI), formado por três tipos de implantes: cilindro oco, parafuso oco e parafuso sólido. Na Figura 17 é mostrado o sistema de implantes Ha-Ti (*Hand-Titanium*), no formato de parafuso cônico autorosqueável.

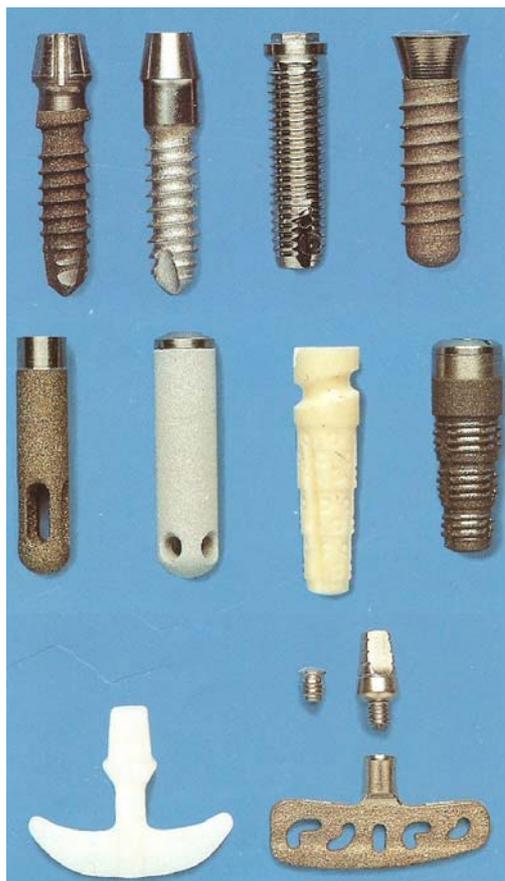


Figura 13 Três tipos básicos de implantes. De cima para baixo: implantes do tipo parafuso; implantes cilíndricos e implantes laminados. Fonte [36].



Figura 14 Sistema de implantes Brånemark. Fonte [36].



Figura 15 Sistema de implantes IMZ. Fonte [36].



Figura 16 Implantes do sistema ITI. Fonte [36].

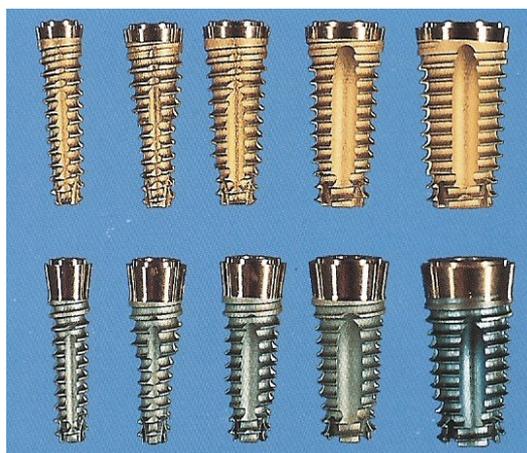


Figura 17 Implantes do sistema Ha-Ti, de formato parafuso cônico autorosqueável.
Fonte [36].

2.2 Materiais para Implantes

Materiais para implantes são corpos estranhos colocados em contato com um sistema biológico. Em 1986, a Sociedade Européia de Biomateriais definiu esse termo da seguinte forma: “Biomateriais são materiais sem vida, usados para aplicações médicas com o objetivo de obter uma reação (interação) com o sistema biológico” [36]. Uma definição mais ampla, estabelecida pela *American Society of Metals (ASM)*, define biomateriais como “*qualquer substância ou combinação de substâncias (que não sejam drogas ou fármacos), de origem natural ou sintética, que podem ser usadas por qualquer que seja o período de tempo, como parte ou como o todo de sistemas que tratam, aumentam ou substituem quaisquer tecidos, órgãos ou funções do corpo humano*” [37].

Do ponto de vista imunológico, os biomateriais podem ser classificados em quatro grupos: autólogos (materiais do mesmo organismo); homólogos (materiais de outros indivíduos da mesma espécie); heterólogos (materiais de indivíduos de outras espécies) e aloplásticos (substâncias estranhas) [36]. Na implantologia dentária são usados exclusivamente os materiais aloplásticos. Os tipos básicos são os metais, materiais cerâmicos e compostos poliméricos. Do ponto de vista científico, assim como em relação à prática clínica, os metais ocupam claramente o primeiro plano na implantologia osseointegrada. Atualmente, quase todos os implantes dentários são fabricados de titânio puro ou ligas de titânio. Mais recentemente foram relatados bons resultados experimentais com o uso de nióbio. A vantagem do uso de materiais aloplásticos é de serem encontrados em disponibilidade praticamente ilimitada, terem características de manipulação favoráveis, bem como a possibilidade de desenvolvimento físico e químico adicional. Além disto, a padronização garante a alta qualidade. A desvantagem desses materiais está relacionada à biocompatibilidade [36].

O termo biocompatibilidade refere-se à habilidade de um material que, usado em aplicações específicas, desempenha respostas teciduais adequadas aos sistemas hospedeiros [39]. Um biomaterial implantado provocará reações fisiológicas ao redor dos tecidos circunvizinhos. Essas interações não devem acarretar alterações secundárias no organismo, ou instabilidade biológica do implante devido

à corrosão ou à dissolução e reabsorção (biodegradação) da sua superfície [36]. A toxicidade de um material está associada aos produtos primários da biodegradação (cátions e ânions simples e complexos), estando relacionada ao conteúdo dos elementos tóxicos dos materiais, os quais podem ter um efeito modificador sobre o índice de corrosão do material [41].

O requisito mais básico para todos os biomateriais é que não causem nenhum dano local ou sistêmico, isto é, não devem ser tóxicos, carcinogênicos, alergênicos ou mutagênicos. Em aplicações sanguíneas, também devem ser não-trombogênicos [36, 38].

Com relação à sua funcionalidade, para que um material seja utilizado como implante, é necessário que realize a função desejada com uma resposta apropriada do hospedeiro. Existem certas dimensões anatomicamente determinadas para os implantes osseointegrados. Todavia, os biomateriais devem apresentar resistência mecânica adequada de modo a distribuir as forças no leito do implante. Ainda não é possível afirmar com certeza o módulo de elasticidade que é mais favorável do ponto de vista biomecânico, uma vez que este é dependente da aplicação. Convém ressaltar que os implantes não devem ser excessivamente complexos, sob os pontos de vista cirúrgico e protético, devem ser fáceis de serem removíveis (se necessário) e esterilizáveis [36].

2.2.1 Titânio e suas ligas

Titânio e suas ligas têm sido amplamente utilizados em dispositivos e componentes biomédicos, especialmente para reposição de tecidos duros (ossos artificiais, próteses de quadril e de joelho, próteses dentárias, entre outras) e em aplicações cardiovasculares e cardíacas (marca passos, válvulas cardíacas, *stents*), devido suas notáveis propriedades, como módulo de elasticidade relativamente baixo, boa resistência à fadiga, usinabilidade e conformabilidade, elevada resistência à corrosão e biocompatibilidade [3,28,29, 38,41,42].

O elemento titânio foi descoberto na Inglaterra em 1790, pelo químico William Gregor ao analisar uma amostra de areia da região do vale de Manaccan, na Cornualha, mas só teve seu nome escolhido em 1795, por Klaproth, em homenagem

aos Titãs, os quais são mitologicamente conhecidos como sendo os primeiros filhos da Terra [28]. Trata-se de um metal de transição do grupo IV e período 4, segundo a tabela periódica dos elementos químicos proposta por Mendeleev. Por ser um elemento de transição, apresenta na sua estrutura eletrônica a camada *d* incompleta, o que lhe possibilita formar soluções sólidas com a maioria dos elementos substitucionais [28,41,42].

As ligas de titânio podem ser classificadas como ligas do tipo α , quase- α , $\alpha+\beta$, β metaestável ou β estável, dependendo da microestrutura formada em temperatura ambiente. Dessa forma, os elementos de liga adicionados ao titânio são classificados em três categorias: (1) estabilizadores da fase α , como o alumínio, oxigênio, nitrogênio e carbono, os quais formam solução sólida intersticial com o titânio; (2) estabilizadores da fase β , como o molibdênio, vanádio, cromo, cobalto, nióbio, tântalo (na forma isomorfa), ferro, tungstênio; (3) neutros, como o zircônio [28,41,42].

As ligas do tipo α e quase- α apresentam maior resistência à corrosão que as demais ligas, porém apresentam limitações quanto à resistência a baixas temperaturas. As ligas do tipo $\alpha+\beta$ apresentam elevada resistência devido à presença de ambas as fases. As ligas do tipo β apresentam características únicas de baixo módulo de elasticidade e elevada resistência à corrosão [28,41,42]. O titânio utilizado em implantes dentários é do tipo α .

Na sua forma elementar, titânio α , apresenta elevado ponto de fusão (1668 °C) e apresenta seus átomos arranjados na estrutura cristalina hexagonal compacta (h_{cp}). Quando o titânio é aquecido à temperatura de 882,5 °C, ou superior, sofre uma transição de fase, passando da estrutura hexagonal compacta para a estrutura cúbica de corpo centrado (ccc) – titânio β [28,41,42]. Na Tabela 1 são apresentadas algumas propriedades físicas básicas do titânio não ligado.

Tabela 1 Propriedades físicas do titânio no seu estado não ligado.

PROPRIEDADES	VALORES
Número Atômico	22
Peso Atômico	47,90 g/mol
Estrutura Cristalina	
Alfa (hexagonal compacta)	
<i>c</i>	4,6832 ± 0,0004 Å
<i>a</i>	2,9504 ± 0,0004 Å
Beta (cúbica de corpo centrado)	
<i>A</i>	3,28 ± 0,003 Å
Densidade	4,54 g/cm ³
Coeficiente de expansão térmica a 20 °C	8,4 × 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Condutividade térmica	19,2 W/mK
Temperatura de fusão	1668 °C
Temperatura de ebulição (estimada)	3260 °C
Temperatura de transição de fase	882,5 °C
Módulo de elasticidade	105 GPa
Tensão de escoamento	692 MPa
Tensão máxima (tensão de ruptura)	785 MPa

Fonte: [28]

O titânio comercialmente puro (CP–Ti) tem sido utilizado desde 1950, em aplicações que requerem alta resistência mecânica, elevada resistência à corrosão, boas maleabilidade e soldabilidade. O CP–Ti pode ser classificado em quatro graus diferentes, dependendo do teor de contaminantes presente em sua composição química, como carbono, hidrogênio, ferro, nitrogênio e oxigênio. Algumas ligas de CP–Ti podem incorporar pequenas quantidades de paládio (Ti 0,2 Pd) e níquel-molibdênio (Ti 0,3 Mo 0,8 Ni), com o intuito de melhorar a resistência à corrosão e ou a resistência mecânica [44]. Na Tabela 2 são mostrados os limites de teor de contaminantes permitidos em cada grau de classificação.

Tabela 2 Classificação do titânio comercialmente puro de acordo com sua composição química.

ELEMENTO	LIMITES MÁXIMOS DE COMPOSIÇÃO (% fração de massa)				
	Grau 1 ELI	Grau 1	Grau 2	Grau 3	Grau 4
Nitrogênio	0,012	0,03	0,03	0,05	0,05
Carbono	0,03	0,10/0,08**	0,10/0,08**	0,10/0,08**	0,10/0,08**
Hidrogênio	0,0125*	0,0125*	0,0125*	0,0125*	0,0125*
Ferro	0,10	0,20	0,30	0,30	0,50
Oxigênio	0,10	0,18	0,25	0,35	0,40
Titânio	Balanço	Balanço	Balanço	Balanço	Balanço

* Exceto para tarugos, para os quais o teor máximo de hidrogênio deve ser de 0,0100% (fração de massa), e para produtos planos, para os quais o teor máximo de hidrogênio deve ser de 0,015% (fração de massa).

** Valores de acordo com ASTM F 67 – 00.

Fonte: [45,46]

O grau ELI (do inglês *Extra Low Interstitial*) é referente à liga Ti-6Al-4V, sendo um grau especialmente utilizado para aplicações cirúrgicas e que apresenta como principais características de composição as baixas concentrações de oxigênio e ferro (5,5 – 6,5 % de Al; 0,08 % de C; 0,25 % de Fe; 0,012 % de H; 0,05 % de N; 0,13 % de O; 3,5 – 4,5 % de V) [44].

As propriedades mecânicas de resistência à tração, limite de escoamento e percentagem de alongamento dos quatro tipos de titânios comercialmente puros classificados na tabela acima, são mostradas na Tabela 3.

Como pode ser visto Tabela 3, o titânio grau 4 apresenta maior resistência mecânica entre os quatro graus, mantendo a ductilidade e conformabilidade em índices relativamente bons. Também apresenta excelente resistência à corrosão por fadiga em soluções salinas; aumentos do teor ferro acarretam na diminuição da resistência à corrosão [44].

Tabela 3 Propriedades mecânicas dos tipos de titânio comercialmente puro.

GRAU	RESISTÊNCIA À TRAÇÃO* mín. (MPa)	LIMITE DE ESCOAMENTO mín. (MPa)	PERCENTAGEM DE ALONGAMENTO** mín. (%)	REDUÇÃO DE ÁREA mín. (%)
1	240	170	24	30
2	345	275	20	30
3	450	380	18	30
4	550	483	15	25

* Requisitos de tração, escoamento e dobramento de chapas devem se aplicar para materiais obtidos longitudinal e transversalmente à direção de laminação.

** Comprimento de calibração = $5,65 \sqrt{S_0}$ ou 50 mm, onde S_0 é a área da seção transversal, em milímetros quadrados.

Fonte: [46]

O titânio é um metal que em contato com o ar, sob temperaturas ambientes, e em contato com fluidos corpóreos, sofre passivação. Essa reatividade é favorável para dispositivos que serão implantados dentro de um organismo biológico, pois na ausência de movimento interfacial ou condições ambientais adversas, essa condição de passivação minimiza o fenômeno de biocorrosão [41], devido à estabilidade química e a estrutura da camada de óxido de titânio formado, a qual é da ordem de alguns nanômetros de espessura [28].

A camada óxida é considerada protetora devido à taxa de oxidação diminuir com o aumento da espessura da camada. O óxido cresce segundo uma reação química, a qual é regida por dois processos eletroquímicos: um anódico, onde o metal é convertido em cátions, gerando elétrons na interface metal/óxido; e um catódico, onde o oxigênio é convertido em ânion, consumindo os elétrons na interface óxido/atmosfera. Para que uma nova camada óxida seja formada é necessário que um ânion e um cátion se agrupem, difundindo-se através dos defeitos existentes na camada óxida existente. Os defeitos presentes na estrutura eletrônica fornecem a condutividade eletrônica necessária para o transporte de elétrons da interface metal/óxido para a interface óxido/ar [47].

A composição química e a espessura da camada óxida do titânio comercialmente puro usinado e polido foi caracterizada por Espectroscopia Fotoeletrônica de Raio X (XPS), mostradas na Tabela 4.

Tabela 4 Composição típica e espessura da camada óxida da superfície do CP–Ti usinado e mecanicamente polido.

ELEMENTO	POLIMENTO MECÂNICO (at %)	ADIÇÃO DE SOLVENTE ORGÂNICO (at %)	ADIÇÃO DE PASSIVAÇÃO POR HNO ₃ (at %)	ADIÇÃO DE PLASMA DE O ₂ (at %)
Ti	14,8 ± 1,6	21,5 ± 1,1	26,1 ± 0,9	27,8 ± 0,8
O	46,8 ± 1,9	51,5 ± 2,0	54,4 ± 2,0	58,5 ± 1,5
C	30,9 ± 2,1	25,1 ± 2,2	19,0 ± 2,9	12,8 ± 1,8
N	0,6 ± 0,2	0,3 ± 0,1	0,5 ± 0,1	0,6 ± 0,2
Si	1,0 ± 0,4	Não detectado	Não detectado	Não detectado
Ca	0,9 ± 0,3	0,2 ± 0,1	Não detectado	Não detectado
Pb	0,3 ± 0,2	0,3 ± 0,2	Não detectado	Não detectado
Zn	0,7 ± 0,6	0,6 ± 0,3	Não detectado	Não detectado
Cu	0,4 ± 0,1	0,5 ± 0,1	Não detectado	Não detectado
Espessura da camada óxida	4,3 ± 0,2	4,3 ± 0,2	4,3 ± 0,2	5,1 ± 0,1

Fonte: [28]

2.3 Tecido Ósseo e o Processo de Osseointegração

Primeiramente, convém frisar o significado do termo *interface* abordado neste trabalho, o qual refere-se à interação existente entre a superfície do implante e os tecidos orgânicos circundantes. Todos os tecidos vitais em contato com a superfície dos implantes, calcificados ou não, têm merecido igual destaque nos estudos sobre o processo da osseointegração [48].

O osso pode ser descrito em um complexo de atividades de três tipos de células: os osteoblastos, osteoclastos e os osteocitos. Os osteoblastos são responsáveis pela formação do novo tecido ósseo, enquanto que os osteoclastos são responsáveis pela reabsorção óssea e os osteocitos são as células presentes quando há completa formação óssea. O tecido ósseo é continuamente remodelado através de uma seqüência complexa e ordenada de atividades de troca de tecido primário pelo secundário, seguido de uma contínua renovação deste [49]

O osso compacto, formado por osso lamelar e composto, é constituído de matriz inorgânica e matriz orgânica, a qual é composta de aproximadamente 40 % do peso de colágeno, glicosaminoglicanos e proteínas adesivas. Nos componentes

inorgânicos, 40 % do peso são compostos de cristais de hidroxiapatita e cristais de cálcio e fósforo [50-52]. Na Figura 18 é mostrado um corte transversal de uma mandíbula de macaco indicando os padrões variáveis de ossos trabecular e cortical.

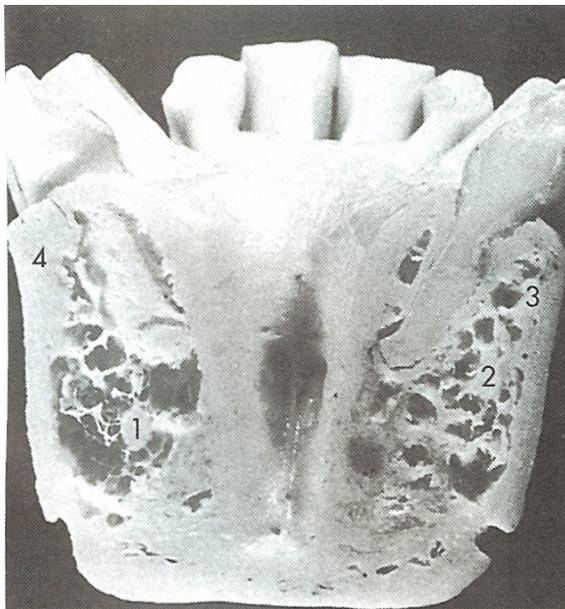


Figura 18 Secção transversal da mandíbula de um macaco mostrando padrões variáveis de ossos trabecular e cortical: (1) trabécula fina; (2) trabécula grossa; (3) compacto poroso e (4) compacto denso. Fonte [50].

A osseointegração requer a formação de um novo osso em volta do implante, processo resultante da modelação e remodelação do tecido ósseo, cuja arquitetura fundamental é uma distribuição de ossos mecanicamente eficiente: uma estrutura óssea compacta (osso cortical), e a outra apresenta uma estrutura esponjosa (osso trabecular). No entanto, a massa óssea é, na realidade, uma seqüência que inclui trabéculas finas e grossas e compactas porosas e densas [50].

A modelagem é uma atividade específica da superfície (aposição ou reabsorção), que produz uma alteração em cadeia no tamanho e ou formato do osso; é um mecanismo fundamental do crescimento, da atrofia e da reorientação. A remodelagem é definida como uma modificação ou reestruturação interna do osso previamente existente, sendo um fenômeno que ocorre no nível do tecido. Inclui todas as alterações localizadas nas trabéculas individuais: modificação, hipertrofia ou reorientação.

As propriedades mecânicas do sistema osso/implante dependem fortemente do fenômeno de interação na interface. Em particular, a rugosidade e a porosidade

da superfície do implante apresentam influência significativa no crescimento ósseo [4,9,44,48]. Rugosidade e porosidade de cerca de 80 μm favorecem o crescimento ósseo na superfície do implante, ao passo que alguns tipos de células são diretamente influenciadas pelas características da estrutura da superfície, a qual varia entre 1 – 10 μm [44]. Dessa forma, se faz necessário considerar as dinâmicas que ocorrem na interface em diferentes níveis de dimensão, variando de milímetros a ângstroms [53]. A Figura 19 mostra um diagrama contendo alguns dos componentes mais importantes presentes na interface osso/implante a nível molecular.

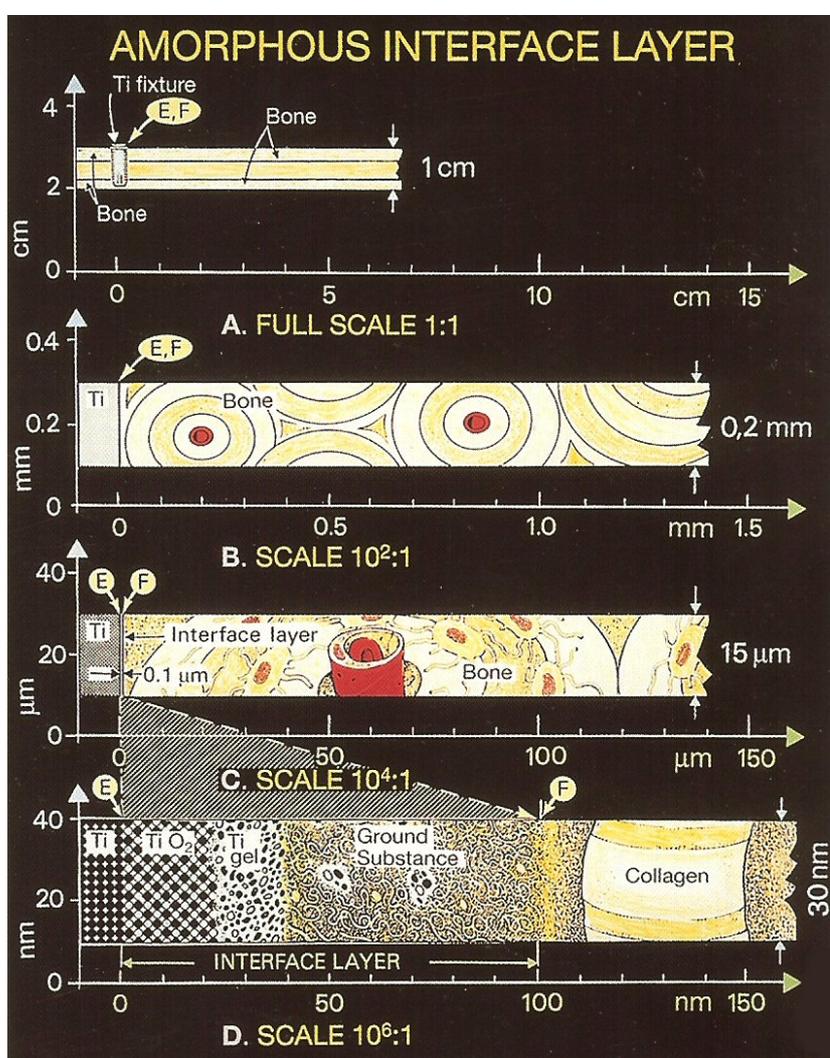


Figura 19 Diagrama contendo alguns dos componentes mais importantes presentes na interface osso/implante em diferentes níveis de resolução. Fonte [53]

Feita a inserção do implante no leito ósseo, as primeiras reações químicas entre a superfície estéril do implante e os tecidos orgânicos são reguladas pelos

fluidos teciduais. Imediatamente após esse contato, é formada na superfície do implante uma camada de macromoléculas glicoproteicas e água, que será determinante como parte do substrato necessário para adesão, proliferação, diferenciação e síntese protéica de células de fenótipo osteoblástico. Em paralelo ao processo de reparação do tecido ósseo necrótico remanescente no alvéolo cirúrgico preparado, uma série de eventos bioquímicos é desencadeada, começando com alteração do pH tecidual da região, em um primeiro momento, e culminando com a liberação de proteínas e enzimas reguladoras do processo de divisão e diferenciação celular, entre elas os fatores de crescimento e as citocinas [48].

Em uma segunda etapa, com a presença de tecido de granulação na região entre a base óssea e o implante, inicia-se um processo de reparação tecidual muito semelhante ao reparo ocorrido em fraturas ósseas, com a deposição de matriz colágena não-calcificada e a conseqüente formação de matriz fibrosa. Cálcio, fosfato, sódio, magnésio e vários outros componentes minerais do tecido ósseo de origem sistêmica, se agregarão gradativamente a essa matriz fibrosa em sítios específicos localizados entre as fibras colágenas, e serão os responsáveis pela maturação estrutural do tecido ósseo [48].

Com o aumento gradual da incorporação de componentes inorgânicos à matriz, uma terceira etapa do processo de osseointegração tem início, com o modelamento e o posterior remodelamento dessa cobertura parcialmente mineralizada em torno do implante [48]. Convém salientar que a interação dos fatores mecânicos e metabólicos, no controle da remodelagem óssea adulta em humanos, ainda não é bem compreendida. Apesar do motivo exato da resposta sustentada da remodelagem não ser claro, o seu controle fisiológico parece fortemente relacionado à distribuição da tensão mecânica concentrada no osso adjacente à interface (osso/implante) [50].

Essa terceira etapa é regulada, dentre outros fatores, pela carga funcional recebida e por aspectos sistêmicos do paciente. Os principais componentes responsáveis por esse processo de “plastia” óssea nas regiões adjacentes ao implante são as células que respondem pela formação (osteoblastos) e reabsorção (osteoclastos) óssea. A matriz óssea formada após essa seqüência de eventos celulares apresenta em torno de 20 % do seu peso líquido de água, 45 a 55 % de componentes inorgânicos (cálcio, fosfato, sódio, magnésio, entre outros) e 25 a 35 %

de componentes orgânicos (colágeno, glicosaminoglicanas e proteoglicanas) [48]. A Figura 20 ilustra o processo de evolução da cicatrização do tecido ósseo na interface com o implante.

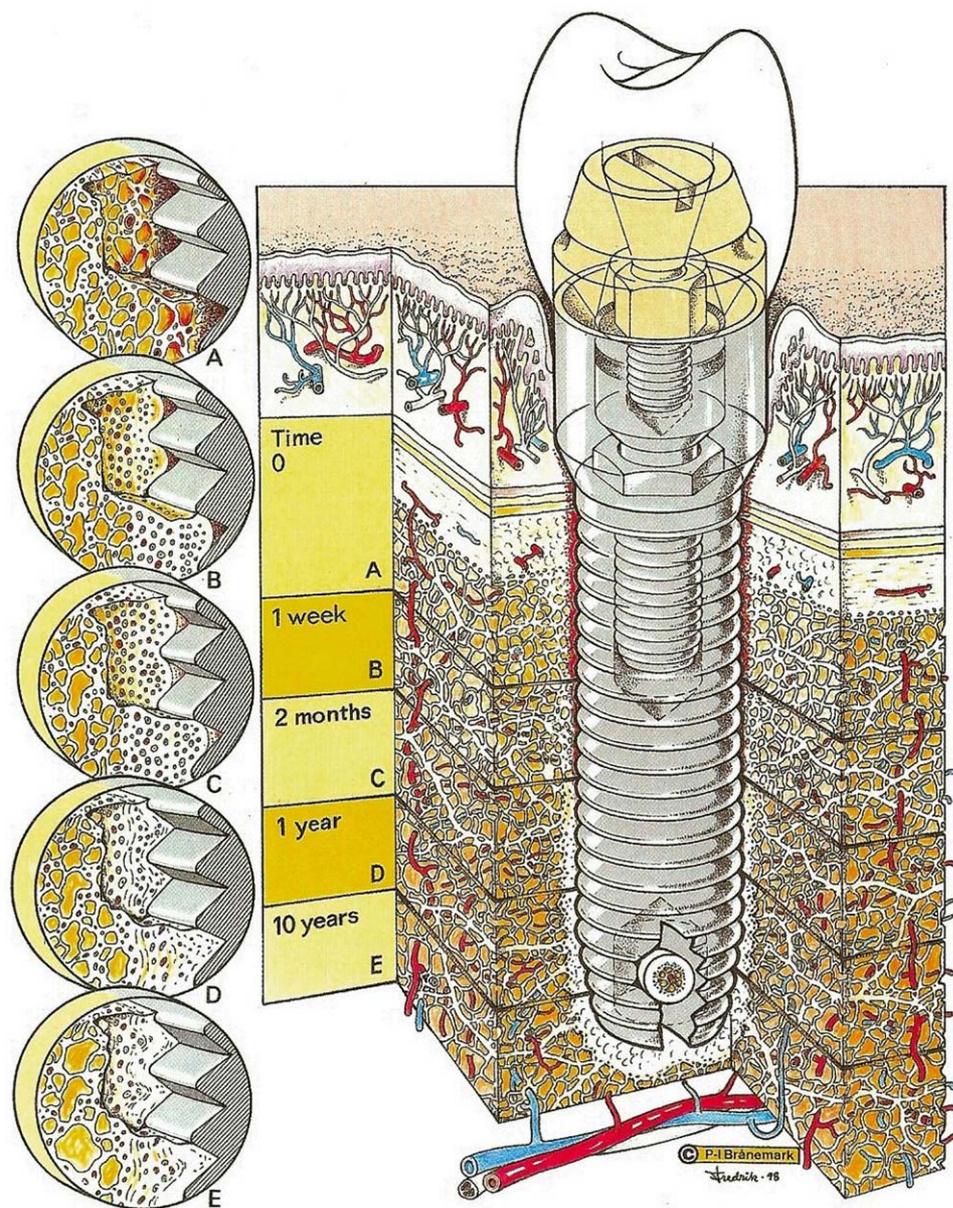


Figura 20 Visão geral do processo de evolução fisiológica da cicatrização óssea na região em contato com o implante de acordo com o tempo. Fonte [53].

O diagrama mostrado na Figura 21 representa a biologia da osseointegração. Em (1) é mostrado a região de contato entre a superfície do implante e o osso, mostrando que o sítio ósseo nunca é perfeitamente congruente com o formato do implante; (2) hematoma; (3) osso danificado por trauma mecânico e térmico; (4) osso sadio; (5) implante. Durante o período de cicatrização, sem a presença de cargas

(mastigatórias), o hematoma é transformado em osso novo, pela formação de calo ósseo. Em (6) é mostrado o osso danificado, o qual também cicatriza, passando por revascularização, desmineralização e remineralização (7). Após o período inicial de cicatrização, o tecido ósseo vital encontra-se em contato direto com o implante, sem que haja um tecido intermediário. A região mais próxima ao implante sofre remodelação óssea devido aplicação de cargas mastigatórias (8). Em casos de insucesso do implante, um tecido não mineralizado, constituindo uma espécie de pseudo-artrose, forma-se entre a superfície do implante e o osso (9). O desenvolvimento desse tecido conectivo pode ser iniciado devido um trauma excessivo na preparação do sítio ósseo, infecção, aplicação de cargas muito precocemente, antes da formação da matriz mineralizada. Uma vez formado, esse tecido conectivo pode apresentar certo grau de organização, mas não o suficiente para garantir uma ancoragem do implante, devido sua pobre capacidade mecânica e biológica. Obviamente, as condições otimizadas mostradas nas Figura 20 e Figura 21 são raramente encontradas na prática clínica [53].

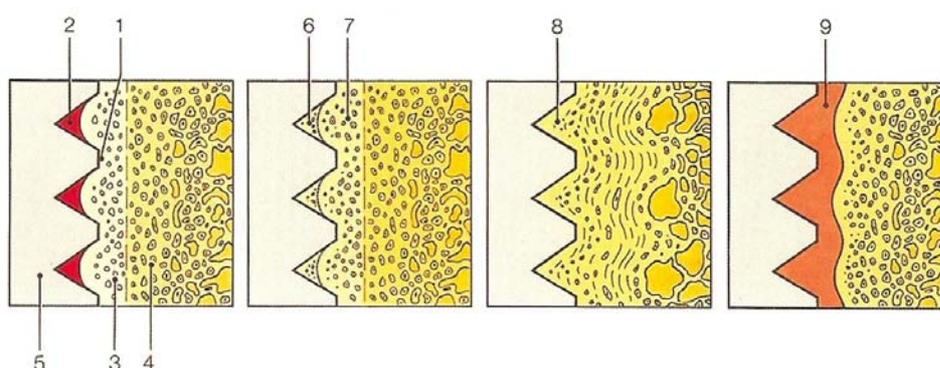


Figura 21 Diagrama representativo da biologia da osseointegração. Fonte [53].

2.4 Relação entre Rugosidade Superficial e Osseointegração

A avaliação de um material para aplicações biomédicas pode ser realizada de duas maneiras: estudos *in vitro* e estudos *in vivo*. Estudos *in vitro* são utilizados para avaliar a bioatividade em líquidos que simulam os fluidos corpóreos e estudos em cultura de células. Os estudos em culturas de células normalmente compreendem testes de citotoxicidade, medições bioquímicas de atividade celular, avaliação de proliferação, crescimento e morfologia celular (adesão, proliferação e diferenciação de células ósseas tanto de origem animal ou humana) [38,44]. São testes

preliminares, uma vez que são menos onerosos para serem realizados (os resultados são obtidos em poucos dias), se comparados com os estudos *in vivo*.

O emprego de culturas celulares tem sido amplamente utilizado em pesquisas biomédicas objetivando avaliar os efeitos das características das superfícies dos implantes sobre o comportamento das células osteoblásticas durante o processo de osseointegração. Porém, estudos *in vitro* são, em geral, estáticos e não levam em consideração a dinâmica do implante *in vivo*. Além disto, não são capazes de reproduzir a biodiversidade na qual um implante fica sujeito quando inserido dentro de um organismo vivo, tendendo a avaliar a resposta de tipos simples de células, geralmente linhagens transformadas. Assim sendo, as pesquisas *in vitro* servem como um indicativo de comportamento celular e não devem ser consideradas como a verdadeira resposta celular do organismo quando em contato com o implante, devendo ser interpretadas com cautela [38,44].

Estudos *in vivo* são realizados com o intuito de se analisar as relações existentes entre a histomorfometria e a fixação mecânica do implante. Parâmetros como percentual de área do implante em contato com o novo osso formado em diferentes tempos de cicatrização após implantação, e valores máximos de resistência ao torque e tração mecânica durante a extração do implante têm sido medidos [44].

Muitos pesquisadores relatam sobre a influência da rugosidade superficial de implantes de titânio no aumento da osseointegração [1,9,13,17,18,27-30,32,41,44]; porém, ainda há controvérsias em como a otimização das propriedades da superfície do implante influenciam na cinética da osseointegração [11,24,29,48]. Estudos *in vitro* e *in vivo* mostram que o titânio pode interagir com os tecidos vivos durante vários anos. A modificação do óxido durante a exposição *in vivo* resulta no aumento da densidade da camada de óxido de titânio em até 200 nm [41].

As seções seguintes têm por objetivo mencionar alguns trabalhos realizados na área de tratamentos de superfície de implantes com o intuito de relacionar as variações das propriedades da superfície com a resposta óssea.

2.4.1 Pesquisas feitas *in vitro*

Lausmaa (1996) mostrou que as propriedades das superfícies óxidas de implantes de titânio comercialmente puro preparadas por diferentes métodos apresentam variações estruturais e químicas, resultando em propriedades bastante diferentes, o que enfatiza a necessidade de caracterização da superfície os implantes [7].

Deligianni et al (2000) mostraram que com o aumento da rugosidade superficial da liga Ti-6Al-4V a adesão e proliferação celular aumentam. Segundo os pesquisadores, as células osteoblásticas inicialmente respondem de forma diferente na superfície rugosa do titânio, sendo que a medula óssea humana pode detectar variações de medidas de rugosidade da ordem de 0,60 μm , retendo uma quantidade muito maior de proteínas que a superfície lisa [11].

Park et al (2001), demonstraram que diferentes graus de aglomeração de células vermelhas sanguíneas e, conseqüentemente, diferentes respostas osteogênicas, podem ocorrer em implantes de titânio devido a diferenças na interação sangue/implante, causadas pelas diferentes microestruturas das superfícies dos implantes [54].

Li et al (2001), avaliaram os efeitos do jateamento de partículas de na topografia físico-química da superfície de cilindros de titânio. Segundo os autores, os implantes com superfície jateada apresentaram maior taxa de corrosão devido ao formato pontiagudo dos picos formados e a presença de contaminação por partículas de Al_2O_3 . A taxa de corrosão para os implantes jateados seguido de ataque ácido foi drasticamente menor do que para os demais grupos, devido ao fato da superfície ser mais regular, com picos arredondados, e sem a presença de partículas de contaminantes cravadas na superfície [27].

Em estudos realizados por Rosa e Beloti (2003), a adesão celular não foi afetada pela rugosidade superficial, mas superfícies com rugosidade entre 0,80 e 1,90 μm apresentaram proliferação celular reduzida, ao passo que o teor de proteína total e atividade de fosfatase alcalina foram aumentadas. Houve um aumento estatisticamente não-significante na formação de nódulos de matriz mineralizadora sobre superfícies com rugosidade próxima de 0,80 μm . Segundo os autores, esses

resultados sugerem que para o titânio comercialmente puro, uma rugosidade variando entre 0,80 e 1,90 μm otimizaria respostas celulares intermediárias e finais, mas não afetaria respostas iniciais, e que superfícies lisas não favorecem nenhuma das respostas avaliadas [55].

2.4.2 Pesquisas feitas *in vivo*

Wennerberg et al (1996), estudaram a resposta biológica do efeito do jateamento com partículas de Al_2O_3 e TiO_2 na superfície de implantes de titânio comercialmente puro inseridos em coelhos. As análises histomorfométricas indicaram não haver diferenças estatísticas entre os implantes jateados com partículas de TiO_2 e Al_2O_3 (25 μm) quando medidas a porcentagem de contato osso/implante. A análise feita entre os implantes usinados e os jateados com Al_2O_3 (75 μm) mostrou haver diferença significativa entre a porcentagem de osso em contato com a interface osso/implante [56].

Em seus estudos, Larsson et al (1995) mostraram que um elevado grau de contato e formação óssea foi atingido em implantes com diferentes espessuras da camada óxida. Contudo, os resultados dos implantes com superfície eletropolida indicaram que uma redução da rugosidade superficial diminui a taxa de formação óssea, o que sugere que esse tipo de superfície (lisa com fina camada de óxido) influencia negativamente a taxa de crescimento de osso novo nas primeiras semanas após a inserção. Após 12 semanas, contudo, nenhuma diferença foi detectada, embora houvesse uma tendência a uma maior formação óssea ao redor dos implantes com camadas óxidas finas. [18].

Lopes e Júnior (2001), realizaram um estudo sobre a resposta do tecido ósseo ao implante de titânio após o período de oito semanas implantados em tíbias de coelhos. As análises histológicas mostraram que houve um processo de remodelamento na interface implante/tecido ósseo cortical, e uma grande quantidade de formação óssea na interface osso/implante foi detectada [57].

Cho e Park (2003) avaliaram as diferenças entre implantes de superfície usinada e implantes de superfície com duplo ataque ácido, através do torque de remoção. As análises mostraram haver diferenças entre as superfícies dos implantes

tratados com duplo ataque ácido, apresentando uma distribuição de pequenos picos e vales ($1 - 2 \mu\text{m}$), ao passo que as superfícies dos implantes usinados apresentaram superfície com ranhuras. O estudo indica que implantes tratados superficialmente com ácido apresentaram maior resistência ao torque que implantes usinados. Indica, também, que há pouca correlação entre o torque de remoção e a diferença na concentração de ácido fluorídrico na qual foi exposto o implante. O aumento dos valores de resistência ao torque pode ser interpretado como sendo um aumento do contato osso/implante, o que leva a um aumento da força de osseointegração [23].

Rønold, Lyngstadaas e Ellingsen (2003) estudaram o efeito a rugosidade superficial na adesão óssea de implantes de titânio na forma de cilindros jateados com partículas de TiO_2 e tratados com ácido clorídrico, através de ensaio de tração mecânica. Segundo os autores, os resultados encontrados indicam que o aumento da rugosidade superficial do implante não resulta sempre em um aumento da adesão óssea, e que estas observações podem indicar que o ancoramento mecânico do implante ao osso exerce um papel mais importante que possíveis ligações químicas entre a superfície do implante e o osso [32].

Müller et al (2005) realizaram estudo para avaliar a elasticidade óssea e a tensão de fratura da interface osso/implante em amostras cilíndricas de Ti-6Al-4V texturizadas superficialmente e implantadas em tíbias de coelhos. Os resultados obtidos não evidenciaram diferenças significantes entre os tipos de implantes. Segundo os autores, o estudo feito não foi suficiente para provar uma associação entre o módulo de cisalhamento e a tensão de fratura; e os diferentes valores de resistência obtidos não refletem, automaticamente, diferentes qualidades de ossos, mas refletem diretamente os aspectos qualitativos do contato osso/implante ou o volume do osso crescido na região dos poros do implante [30].

2.5 Tratamentos de Superfície

Atualmente, sabe-se que as técnicas de tratamento superficial podem influenciar várias etapas do processo de desenvolvimento e estabelecimento da osseointegração, tanto na diferenciação das células presentes na interface osso-

implante, como no tipo de osteogênese e na quantidade de matriz óssea calcificada depositada na superfície do implante [48].

Em implantes de titânio os procedimentos usuais de fabricação geram uma camada superficial não uniforme, oxidada e contaminada, a qual se encontra, geralmente, deformada plasticamente e com tensões internas. Essa superfície “nativa” não é apropriada para aplicações biomédicas, havendo a necessidade de realização de algum tipo de tratamento superficial para melhorar suas propriedades.

De acordo com as diferentes necessidades clínicas, diversas modificações de superfície têm sido propostas, como é mostrado na tabela abaixo. Esses métodos de modificação são classificados em mecânicos, químicos e físicos, segundo o mecanismo de formação da camada formada na superfície do material [28]. Na Tabela 5 é mostrada uma visão geral dos tratamentos de superfície realizados em titânio e suas ligas de acordo com os propósitos clínicos necessários.

Tabela 5 Visão geral das modificações de superfície feitas em implantes de titânio e suas ligas.

MÉTODOS DE MODIFICAÇÃO SUPERFICIAL	CAMADA MODIFICADA	OBJETIVOS
Métodos Mecânicos		
Usinagem Polimento Jateamento de Partículas Abrasão	Superfície lisa ou rugosa formada por processos de subtração	Produzir topografias superficiais específicas; superfície limpa e rugosa; melhorar a adesão osso-implante.
Métodos Químicos		
Tratamentos Químicos		
Ataque Ácido Alcalino	< 10 nm de camada óxida ~1 µm de titanato de sódio gel	Remover camadas óxidas e contaminações; melhorar a biocompatibilidade, bioatividade ou condutividade óssea.
Peróxido de Hidrogênio	~5 nm de camada óxida inerte densa e camada exterior porosa	Melhorar a biocompatibilidade, bioatividade ou condutividade óssea.
Sol-gel	~ 10 µm de filme fino, como fostato de cálcio e TiO ₂	Melhorar a biocompatibilidade, bioatividade ou condutividade óssea.
Oxidação Anódica	~ 10 nm a 40 µm de camada de TiO ₂ , adsorção e incorporação de ânions eletrolíticos	Produzir topografia específica; melhorar a resistência à corrosão; melhorar a biocompatibilidade, bioatividade ou condutividade óssea.
CVD	~1 µm de filmes finos de TiN, TiC, TiCN, diamante, diamante-carbono	Melhorar a resistência à abrasão e à corrosão e compatibilidade sangüínea.
Métodos Físicos		
Aspersão Térmica		
<i>Flame Spray</i> <i>Plasma Spray</i> HVOF DGUN	~ 30 a ~ 200 µm de recobrimento como Ti, HA, silicato de cálcio, Al ₂ O ₃ , ZrO ₂ , TiO ₂	Melhorar a resistência à abrasão e à corrosão e propriedades biológicas.
PVD		
Evaporação <i>Ion Plating</i> <i>Sputtering</i>	~ 1 µm de filmes finos de TiN, TiC, TiCN, diamante, diamante-carbono	Melhorar a resistência à abrasão e à corrosão e compatibilidade sangüínea.
Implantação Iônica e deposição		
<i>Beam-line ion implantation</i> PIII	~ 10 nm de camada da superfície modificada e ou µm de filmes finos	Modificar a composição superficial; melhorar a resistência à abrasão e à corrosão e biocompatibilidade.
Tratamentos com descarga de Plasma	~ 1 a 100 nm de camada da superfície modificada	Limpeza, esterelização, oxidação, nitretação da superfície; remover camada oxidada nativa.

Fonte: Adaptada de [28].

2.5.1 Jateamento de Partículas

O jateamento de partículas é uma técnica simples, de baixo custo, que, como o próprio nome sugere, consiste em aspergir partículas de um determinado material, geralmente óxidos, sobre a superfície do implante, resultando em cavitações ou ranhuras irregulares de profundidade maior do que em outras técnicas por subtração, chamadas macro-retenções [44,48]. As partículas são projetadas com elevada velocidade e pressão para o bocal de uma pistola por meio de ar comprimido. A energia do impacto das partículas causa deformação plástica na superfície do implante, aumentando a sua rugosidade superficial [44]. Devido essa deformação, o jateamento acarreta na formação de uma região contendo tensões residuais compressivas. Assim sendo, será esperado um aumento da dureza superficial dos implantes, acarretando em um aumento das suas resistências à fadiga e à corrosão, o que ajuda a melhorar a vida útil do implante [13,44]. Do ponto de vista mecânico, também confere melhora no acabamento superficial do implante pela eliminação de pequenos defeitos gerados na usinagem, como trincas e saliências [44].

Dependendo da granulometria das partículas, podem ser produzidos diferentes graus de rugosidade nos implantes, podendo variar entre 20 a 40 μm [4,29]. O material abrasivo deve ser quimicamente estável, biocompatível e não podem impedir o processo de osseointegração dos implantes [13,29]. Muitos materiais cerâmicos têm sido utilizados, como alumina (Al_2O_3), óxido de titânio e partículas de fosfato de cálcio. O jateamento feito com alumina é bastante utilizado, porém, é comum ocorrer contaminações de partículas de alumina na superfície do implante, mesmo após limpeza ultrasônica, passivação ácida e esterilização, uma vez que a alumina é insolúvel em ácido, o que torna difícil sua remoção da superfície. Em alguns casos, essas partículas são liberadas quando em contato com os tecidos biológicos que circundam o implante, interferindo no processo de osseointegração, podendo, inclusive, reduzir a resistência à corrosão do material devido esta heterogeneidade química em sua superfície [29].

As partículas de fosfato de cálcio, como hidroxiapatita e β -TCP (beta tri-cálcio fosfato), por serem biocompatíveis e osseocondutivas, também são bastante utilizados nessa técnica de tratamento superficial. Estudos experimentais indicam

haver uma maior área de contato osso/implante em superfícies tratadas com essas partículas, quando comparadas com superfícies lisas [29].

2.5.2 Ataque Ácido

Na técnica de ataque ácido, os implantes metálicos usinados são imersos em um ácido, na sua forma pura, ou em solução, e mantidos por um intervalo de tempo determinado, criando-se pequenas rugosidades ou retenções nas superfícies. O tempo de aplicação do ácido e sua temperatura, juntamente com a concentração, determinarão a profundidade das rugosidades criadas; porém, em comparação com as rugosidades formadas pela técnica de jateamento, são de profundidade menor, sendo chamadas de micro-retenções, as quais podem medir de 0,5 a 3 μm [4,29,48].

Um pré-tratamento ácido é frequentemente utilizado para a remoção de óxidos e contaminantes, com o intuito de se obter uma superfície limpa e uniforme. Para isto, recomenda-se utilizar uma combinação de ácidos composta de 10-30 % (em volume) de HNO_3 e 1-3 % (em volume) de HF em água destilada [28]. Esse duplo ataque ácido proporciona a formação de uma topografia específica, capaz de fixar estruturas de fibrina, promovendo a adesão de células osteogênicas e, assim, promover a aposição óssea [29].

Recentemente, os métodos de ataque ácido têm sido melhorados com o intuito de aumentar a adesão celular e a formação óssea na superfície dos implantes. Um exemplo são os ataques ácidos realizados em temperaturas elevadas, os quais são capazes de gerar uma superfície com microporos homogêneos, resultando em uma elevada área de contato implante/osso [29].

O ataque ácido geralmente acarreta na formação de uma fina camada óxida (< 10 nm) na superfície do titânio. Essa camada óxida, quando em contato com o ar, aumenta sua espessura de maneira bastante lenta, de ~ 3 para ~ 6 nm em um período de 400 dias. O óxido é predominantemente TiO_2 , mas resíduos oriundos do ataque ácido podem ser observados, particularmente compostos químicos contendo flúor [28].

Não obstante, tratamentos químicos podem reduzir as propriedades mecânicas do titânio. O ataque ácido pode acarretar em uma fragilização do titânio, causado pela incorporação de hidrogênio ao material, resultante das reações do ácido fluorídrico com o óxido de titânio, resultando em micro trincas na sua superfície, as quais podem reduzir a resistência à fadiga do implante [28,29]. De fato, estudos experimentais reportaram a absorção de hidrogênio pelo titânio quando colocado em ambiente biológico. Essa fragilização do titânio por hidrogênio também está associada com a formação de uma fase híbrida, a qual se comporta de maneira frágil, acarretando em uma redução da ductilidade do titânio. Esse fenômeno está relacionado com a ocorrência de mecanismos de fratura em implantes dentários [29]. A presença de 30 – 40 ppm de hidrogênio no titânio torna-o muito frágil [44].

Atualmente, muitos fabricantes utilizam o ataque ácido em combinação com outra técnica de tratamento superficial, para obtenção de implantes com superfícies híbridas, possuindo características simultâneas de macro e micro-retenção [15,28,29,48].

2.5.3 Anodização e Passivação

O tratamento de passivação eletroquímica das superfícies de titânio e de suas ligas, também denominado tratamento anódico ou anodização, consiste na formação, sob condições controladas, de um revestimento contínuo, liso e aderente de óxido sobre a superfície do metal de base [58]. Esse processo se resume, basicamente, na imersão de peças metálicas em soluções químicas de ácidos fortes (H_2SO_4 , H_3PO_4 , HNO_3 , HF), ou em meio alcalino, controlando-se a temperatura e o potencial (e ou a corrente aplicada). A densidade de corrente ou o potencial aplicados são bastante elevados ($200 A/m^2$ ou 100 V, respectivamente). O objetivo é fazer com que a película de óxido cresça e aumente a resistência à corrosão do material; além disto, promove o endurecimento superficial do metal e melhora sua resistência ao desgaste [29].

Quando ácidos fortes são utilizados em uma solução eletrolítica, a camada óxida será dissolvida ao longo das linhas de convecção da corrente, sendo novamente formadas em outras regiões do material. Essa dissolução acarreta na

formação de micro e nano poros na superfície do titânio. Dessa maneira, o processo de anodização modifica a microestrutura e cristalinidade da camada óxida do titânio.

Trata-se de um processo bastante complexo, dependente de muitos parâmetros como densidade de corrente, concentração dos ácidos, composição e temperatura do eletrólito. A camada óxida formada por este processo é da ordem de 1000 nm, podendo ser densa ou porosa, cristalina ou amorfa, de acordo com os parâmetros do processo [29].

O processo de passivação pode utilizar ácido nítrico para eliminar contaminações metálicas da superfície do titânio, o que, praticamente, não influencia na superfície do implante como um todo. Com isto, tem-se a formação de uma camada óxida de TiO_2 com espessura variando entre 2 – 6 nm [59].

Dentre os processos de passivação eletroquímica das superfícies de titânio e de suas ligas, inclui-se o de eletrocoloração, que possibilita a obtenção de uma grande variedade de cores da superfície tratada, associada à espessura da camada de óxido formada. Nesse caso, a camada é um revestimento muito fino e transparente cuja espessura estabelece uma determinada coloração como consequência do fenômeno de interferência sobre a luz refletida. Como a coloração é oriunda de um processo de interferência, sem a presença de pigmentos ou corantes, não se alteram as características de biocompatibilidade e a propriedade hipoalergênica do material de base. A diferença de potencial aplicada ao processo controla a espessura da camada de óxido e, conseqüentemente, a cor resultante. Embora as camadas de óxido sejam tão duras quanto as partes de titânio em si, tais revestimentos não apresentam uma excelente resistência à abrasão, em virtude da baixa espessura da camada que estabelece a coloração, na faixa de 50 – 100 nm, porém possibilitam a identificação visual dos produtos, especialmente nos casos de associações dimensionais de sistemas multicomponentes [58].

2.6 Técnicas de Caracterização

A análise microestrutural de um material é muito importante para se entender as correlações existentes entre a microestrutura, os defeitos e as propriedades dos

mesmos. Uma vez entendidas, é possível prever algumas propriedades do material estudado.

As propriedades das superfícies óxidas de implantes de titânio comercialmente puro preparadas por diferentes métodos apresentam variações estruturais e químicas, resultando em propriedades bastante diferentes, o que enfatiza a necessidade de caracterização da superfície dos implantes [1]. Assim sendo, o objetivo desta seção é descrever as técnicas de caracterização utilizadas neste trabalho, fazendo referência ao princípio de funcionamento de cada uma e justificando seu emprego.

2.6.1 Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Energia Dispersa

Na microscopia eletrônica de varredura, o feixe de elétrons que incidirá com a amostra é gerado por um filamento aquecido em alto vácuo. Os elétrons são acelerados e focalizados em um ponto da amostra e, subseqüentemente, o feixe varre toda a sua superfície. A interação do feixe de elétrons com a superfície da amostra resulta em uma série de radiações emitidas, como elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raios X característicos, elétrons Auger, fótons, entre outras. À medida que o feixe de elétrons varre a superfície da amostra, os sinais vão sofrendo modificações de acordo com as variações da superfície. Os sinais de maior interesse para a formação da imagem no MEV são os elétrons secundários e os retroespalhados. Os elétrons secundários fornecem sinais referentes à imagem topográfica da superfície da amostra, sendo responsáveis pela obtenção das imagens de alta resolução, já os elétrons retroespalhados fornecem sinais referentes à imagem característica de variação de composição [60].

Um sistema de EDS consiste em uma fonte de elétrons, um detector de estado sólido – normalmente um diodo feito de cristal de silício dopado com lítio – e um processador eletrônico de sinais. A técnica de caracterização baseia-se na emissão de raios X pela interação de um elétron incidente com uma amostra. Quando um feixe de elétrons incide com uma amostra, esta emitirá raios X característicos, próprios de cada material. Com isto é possível obter informações

qualitativas e quantitativas da composição da amostra na região submicrométrica de incidência do feixe de elétrons. Esse tipo de técnica é de uso limitado para materiais mais pesados, sendo que em materiais leves, com número atômico menor que 4 (berílio), só são detectados se estiverem presente na amostra em grande quantidade, caso contrário a precisão nos resultados obtidos é muito pequena [60].

2.6.2 Espectroscopia por Fluorescência de Raios X

A técnica de espectrometria por fluorescência de raios X é um método não destrutivo para análise da constituição química de sólidos e líquidos. Consiste basicamente em irradiar uma superfície com um feixe de raios X, que irá interagir com a amostra excitando seus átomos constituintes, os quais tendem a ejetar os elétrons do interior dos níveis atômicos e, em consequência, elétrons dos níveis mais afastados realizam um salto quântico para preencher a lacuna gerada. Essa transição eletrônica, que constitui uma perda de energia para o elétron, é emitida na forma de um fóton de raio X, cuja energia é característica e bem definida para cada elemento. Com isto, obtém-se a caracterização qualitativa e quantitativa dos elementos que constituem a amostra. A profundidade de penetração do raio X incidente na amostra é, normalmente, da ordem de alguns mm, dependendo da densidade da mesma. Através dessa técnica é possível obter um perfil de elementos profundos, de acordo com o ângulo de incidência do feixe; análise do estado químico, de acordo com os picos de raios X obtidos; e análises quantitativas, pela distribuição das intensidades espectrais dos raios X. Todos os elementos podem ser analisados por XRF, exceto materiais com elementos de número atômico menores que três (H, He e Li) [60].

Ao contrário da técnica de EDS, que utiliza um detector de estado sólido com analisador multicanal para detectar simultaneamente as energias dos raios X emitidos pela amostra, na técnica de XRF, pelo método de dispersão de comprimento de onda, pode-se analisar separadamente os raios X emitidos através de cristais monocromadores. Isto torna a técnica de XRF uma ordem de grandeza mais precisa em comparação com a técnica de EDS [60]. A Figura 22 mostra uma comparação dos espectros obtidos para uma amostra de BaTiO₃ analisada por EDS e por XRF, onde podem ser observadas as sobreposições do pico K_α do titânio com

o pico L_{α} do bário, e do pico $L_{\beta 1}$ do bário com o pico K_{β} do titânio, na análise feita por EDS, devido a limitações do detector utilizado na técnica.

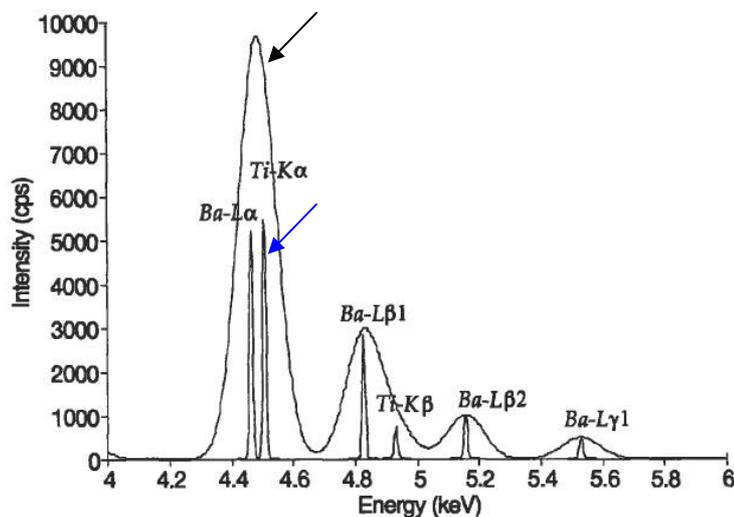


Figura 22 Espectros sobrepostos de $BaTiO_3$ obtidos por EDS (seta preta) e XRF (seta azul). Fonte [60].

2.6.3 Rugosimetria

A medida de rugosidade superficial pode ser analisada de diferentes formas, sendo que o método mais utilizado avalia o perfil ao longo de uma linha através do traçado de uma ponteira na superfície do material, resultando em um valor de rugosidade calculado de acordo com as ondulações presentes neste perfil. Assim sendo, a rugosidade superficial pode ser expressa de várias formas, mas deve-se ressaltar que os resultados obtidos não são muito informativos sobre a textura da amostra, uma vez que superfícies de aspecto muito diferentes podem ter o mesmo valor de rugosidade média (R_a).

A rugosidade R_a , amplamente utilizada em pesquisas e trabalhos científicos, é uma média aritmética determinada pela soma dos valores absolutos das oscilações em relação à linha média, dividida pelo número de oscilações encontradas. Convém ressaltar que os resultados obtidos dependem não só da amostra e do material que a constitui, mas, também, de fatores do próprio equipamento, como ponteira, sensores de medição e filtros utilizados.

A medida da rugosidade R_a é regida pela norma ABNT NBR ISO 4287 (Especificações geométricas do produto (GPS) - Rugosidade: Método do perfil - Termos, definições e parâmetros da rugosidade).

2.6.4 Ensaio de Resistência à Corrosão

Um sistema corrosivo é regido por um par de reações espontâneas que ocorrem na interface entre o metal e o meio aquoso. Uma delas é a reação na qual às espécies químicas do meio aquoso removem elétrons do metal; a outra é a reação onde os átomos da superfície metálica são deslocados para preencher a deficiência eletrônica gerada. A troca de elétrons entre as duas reações gera uma corrente elétrica na superfície do metal, resultando em um potencial elétrico imposto na sua superfície, cujo valor é correspondente a demanda de elétrons necessária para que as duas equações sejam balanceadas [47].

A corrosão é um fenômeno que ocorre com diversos materiais em meios agressivos. No caso de biomateriais metálicos utilizados em implantodontia essa questão é importante, uma vez que os implantes inseridos na cavidade bucal estão sujeitos a ações de eletrólitos e compostos oxigenados, como por exemplo, saliva e sangue. Adicionalmente, o pH pode variar significativamente nas áreas sob as placas bacterianas e dentro da cavidade bucal, aumentando a variação de pH à qual os implantes são expostos, comparado com locais específicos do tecido [41].

O ensaio de resistência à corrosão, realizado de acordo com as recomendações contidas na ASTM F 746 – *Standard Test Method for Pitting or Crevice Corrosion of Metallic Surgical Implant Materials* – é utilizado para avaliar a resistência à corrosão por pites ou fendas de materiais para uso em implantes. O objetivo do teste é verificar o potencial crítico de corrosão ($E_{\text{crítico}}$) no qual não ocorra mais a repassivação da superfície analisada. É importante ressaltar que esse teste é utilizado somente para determinar índices comparativos de desempenho, sendo intencionalmente designado para atingir condições severas o suficiente para causar corrosão de uma liga de aço inoxidável (316 L), largamente aplicada para uso em implantes [61]. Isto por que, diferentemente de muitos outros materiais, o titânio e suas ligas, quando em contato com fluídos corpóreos com pH aproximadamente

neutro (pH = 7), apresentam taxas de corrosão extremamente lentas, as quais são difíceis de serem medidas experimentalmente [28].

Para estas análises são utilizadas células específicas para voltametria, onde o eletrodo de calomelano saturado (SCE – do inglês *Saturated Calomelan Electrode*) é tomado como eletrodo de referência, ficando separado da câmara da amostra por meio de um capilar de Luggin, e o eletrodo de platina é o responsável pela coleta dos elétrons liberados e fica separado da câmara da amostra por um filtro de cerâmica, a fim de evitar contaminação com íons metálicos.

De acordo com a norma, o meio (eletrólito) utilizado para a realização do ensaio é uma solução aquosa de NaCl - 0,9 %. Primeiramente deve-se medir a diferença de potencial entre o calomelano e o eletrodo da amostra no momento em que esta é colocada na célula de ensaio. Depois, deixa-se o potencial aberto (sem aplicação de d.d.p.) e, após uma hora, mede-se novamente a tensão, cujo valor é denominado potencial de repouso (E_0). Depois disto, aplica-se um potencial de + 0,8 V, para iniciar a corrosão da amostra. Estas medidas devem ser realizadas durante 20 s. Se durante esse período a densidade de corrente não exceder o valor de $500 \mu\text{A}/\text{cm}^2$, o ensaio continua por mais 900 s. Não havendo corrosão da amostra, o ensaio é finalizado. Desta forma, considera-se que o material apresenta uma alta resistência à corrosão, e o $E_{\text{crítico}}$ como sendo maior que + 0,8 V. Se a densidade de corrente exceder o valor citado anteriormente, ao se aplicar uma tensão de + 0,8 V, o teste deve ser abortado e o próximo potencial a ser aplicado deve ser o de repouso. A partir desse ponto, se a densidade de corrente não exceder o valor limite, o potencial deve ser aumentado em taxas de tensão definidas em relação ao E_0 . O teste é encerrado quando se verificar novamente um potencial em que a superfície da amostra não repassiva, sendo este valor considerado como $E_{\text{crítico}}$ [61].

2.6.5 Ensaio de Resistência à Tração Mecânica (*Pull out*)

Um ensaio de resistência à tração mecânica consiste em submeter um material a um esforço de tração que tende a alongá-lo, geralmente até sua ruptura (tensão máxima de ruptura), com o propósito de determinar uma ou mais de suas

propriedades mecânicas. Esse ensaio deve ser realizado à temperatura ambiente, entre 10 e 35 °C [62]. Através do ensaio de tração, obtém-se a relação da tensão aplicada com a deformação do material [62].

Como já mencionado anteriormente, o teste de *pull out* foi efetuado para avaliar a osseointegração dos implantes através da associação com a tensão necessária para arrancar o implante do osso. Como resultado, pode-se calcular o grau de adesão osso/implante através da fórmula $\frac{F_{máxima}}{Área} \left[\frac{N}{m^2} \right]$. A Figura 23 ilustra uma curva de tensão – deformação resultante do ensaio de *pull out* realizado em um implante de titânio comercialmente puro no formato cilíndrico, inserido em tíbia de ovelha.

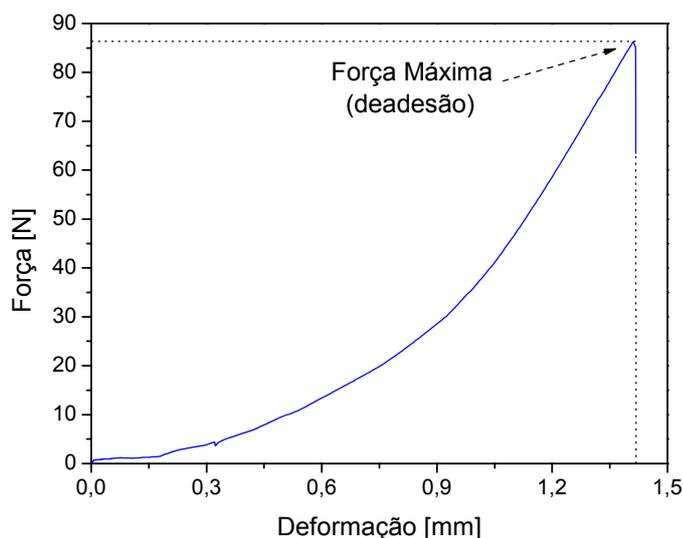


Figura 23 Curva tensão – deformação de um implante de titânio inserido em tíbia de ovelha obtida em um ensaio de *pull out*.

O ensaio de *pull out* fornece resultados mais precisos para a avaliação do tratamento superficial em testes *in vivo*, em comparação com os testes mecânicos usualmente empregados, como contra-torque e torque de remoção, uma vez que a força de ligação química entre o osso e o implante pode ser medida diretamente, minimizando os efeitos de fricção e de forças mecânicas (como forças de cisalhamento e retenção mecânica) introduzidas pelo formato do implante e por sua rugosidade superficial [31].

O ensaio foi realizado segundo as recomendações da norma ASTM C 633, a qual é utilizada para se determinar o grau de adesão (força de ligação) de uma

camada de recobrimento a um substrato. Nesse ensaio aplica-se uma carga trativa variável uniformemente com o tempo, normal ao plano da camada de recobrimento. A taxa de carga utilizada pode variar de 0,78 a 1,26 mm/min. A amostra deve estar bem alinhada em relação ao eixo de aplicação de carga, para garantir que haja forças atuando apenas na direção vertical, evitando que ocorra a geração de forças laterais [63].

3 METODOLOGIA

Nesta pesquisa foram respeitados os princípios éticos da experimentação animal, bem como as normas para prática didático-científica de vivisseção dos mesmos, de acordo com a Lei 6.638/79 (Anexo A), e seu projeto foi avaliado e aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (CEP) da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, sob protocolo de número 06/03548 (Anexo B).

3.1 Modelo Animal

Como modelo animal foi adotado a ovelha devido a maior quantidade de massa óssea e similaridade do seu metabolismo com o do ser humano. Os ovinos foram submetidos a controle de ectoparasitas e endoparasitas antes de constituírem a população desta pesquisa. Exames parasitológicos periódicos foram realizados com o intuito de se excluir espécimes que apresentarem evidências de infestação. Desta forma, foram selecionadas seis ovelhas adultas, fêmeas e clinicamente saudáveis, as quais foram mantidas no Biotério do Hospital Veterinário na Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS –, sob cuidados técnicos do Médico Veterinário Prof. Dr. Marcelo Meller Alievi (CRMV-RS 06461VP). Os animais utilizados foram criados pelo método Ran Rotacional, de criação heterogênica, e mantidos em condições sanitárias de biotério convencional.

Os animais foram divididos em dois grupos de três ovelhas cada, distribuídas aleatoriamente, sendo diferenciados de acordo com os períodos pós-cirúrgicos. No Grupo 1, os animais foram submetidos à morte 30 dias após a cirurgia, e no Grupo 2, após 60 dias.

3.2 População e Amostra

Para a realização deste trabalho foram projetados implantes de titânio na forma de cilindro, especialmente desenhados para permitir a implantação em ovelhas adultas resultando em boa estatística de amostragem com o menor número possível de cobaias.

Os implantes foram fabricados em titânio comercialmente puro, grau de pureza 4, medindo 4 mm de espessura (altura) e 6 mm de diâmetro, com um furo passante central M3, conforme ilustrado na Figura 24 (o projeto dos cilindros pode ser visto no Anexo B). O processo de fabricação do implantes não foi acompanhado, uma vez que estes foram fornecidos prontos pela empresa nacional NEODENT[®], de acordo com a forma e dimensões propostas no projeto.

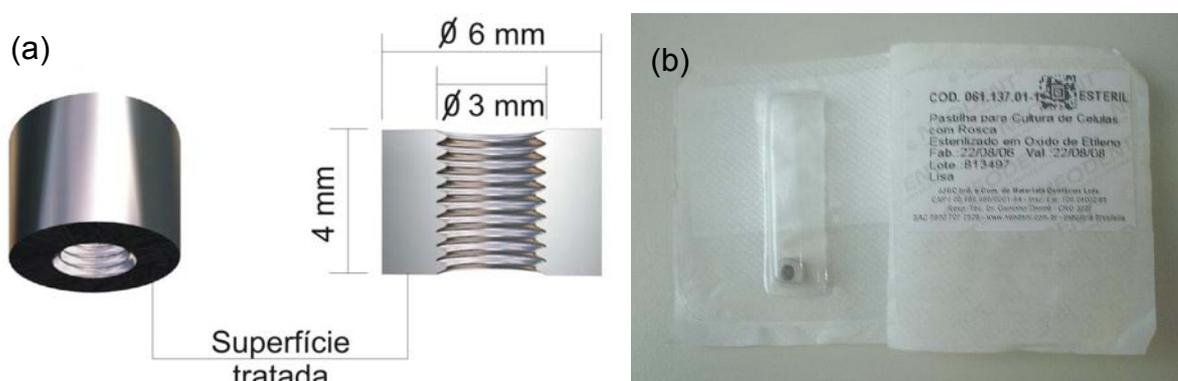


Figura 24 Em (a): ilustração do implante no formato de cilindro. Em (b): implantes fornecidos pela empresa, embalados e esterilizados.

Para esta pesquisa, foram fabricados 175 cilindros de titânio, os quais foram separados em sete grupos com 25 cilindros cada, sendo que cada grupo recebeu um tipo de tratamento superficial, conforme é mostrado na Tabela 6.

Tabela 6 Classificação dos grupos de implantes de acordo com o tratamento superficial utilizado.

GRUPO	TRATAMENTO SUPERFICIAL RECEBIDO
A – controle	apenas usinagem (lisa)
B	ataque ácido
C	jateamento com cerâmica 320 ^{**} , seguido de ataque ácido
D	jateamento com cerâmica 100 ^{**} , seguido de ataque ácido
E	jateamento com cerâmica 150 ^{**} , seguido de ataque ácido
F*	escovadamento
G*	escovamento, seguido de ataque ácido

* Tratamentos realizados no GEPSI
 ** Tamanho das partículas em escala Mesh

Os implantes com superfície lisa foram escolhidos como grupo controle, servindo de parâmetro para comparação com os demais tratamentos realizados. Com relação aos tratamentos realizados, quatro grupos de cilindros foram submetidos a tratamentos-padrão realizados pela empresa em implantes dentários do tipo parafuso. Desta forma, assim como o processo de fabricação dos cilindros, essa etapa não foi acompanhada. Os outros dois tipos de tratamento superficial foram realizados no Grupo de Estudos de Propriedades de Superfícies e Interfaces – GEPSI – pertencente à Faculdade de Física da PUCRS.

Em cada perna da ovelha foram implantados seis cilindros, sendo três na porção anterior do osso (região mais próxima ao centro do corpo) e três na porção posterior (região mais distante ao centro do corpo), exceto o rádio direito, onde foram implantados apenas três cilindros. Na Tabela 7 é mostrado o controle de distribuição dos implantes de acordo com a região do osso em que foram inseridos em cada animal.

Tabela 7 Distribuição dos implantes de acordo com a região cortical óssea na qual foram inseridos.

OVELHAS		Tíbia Esquerda		Tíbia Direita		Rádio Esquerdo		Rádio Direito
		<i>Ant.</i>	<i>Post.</i>	<i>Ant.</i>	<i>Post.</i>	<i>Ant.</i>	<i>Post.</i>	<i>Ant.</i>
Grupo 1 (morte após 30 dias)	1	A	B	C	D	E	F	G
	2	A	B	C	D	E	F	G
	3	A	B	C	D	E	F	G
Grupo 2 (morte após 60 dias)	4	A	B	C	D	E	F	G
	5	A	B	C	D	E	F	G
	6	A	B	C	D	E	F	G

De acordo com estudo realizado em coelhos, os valores de tensão de ruptura e, conseqüentemente, os graus de osseointegração alcançados, não diferem de uma região óssea para outra [30]. Assim sendo, embora o metabolismo de ovelhas seja mais lento que o de coelhos, neste trabalho, esta teoria foi estendida para o modelo animal adotado; porém, cada grupo foi mantido na mesma região óssea da ovelha, como pode ser observado na tabela. Também foi considerado que o processo de osseointegração não difere entre tíbias e ulnas.

3.3 Procedimento Experimental

3.3.1 Tratamentos de Superfície

3.3.1.1 Tratamentos Padrões da Empresa

Os tratamentos feitos pela empresa baseiam-se em dois tipos básicos: ataque ácido e jateamento seguido de ataque ácido. A pedido da mesma, as informações a cerca das etapas dos processos envolvidos nestes tratamentos não podem ser descritas neste trabalho, por se tratarem de sigilo industrial, uma vez que os tratamentos em questão ainda não foram patenteados pela empresa.

3.3.1.2 Escovamento e Ataque Ácido

O escovamento das superfícies foi escolhido pela possibilidade de ser realizado dentro das dependências do GEPSI e pela facilidade de processamento. Para realizar esse tratamento, os 50 cilindros referentes aos grupos F e G foram parafusados em uma única placa de alumínio, a fim de evitar possíveis variações de processamento entre os grupos e conferir melhor homogeneidade superficial. As superfícies foram “escovadas” por um cilindro contendo cerdas de aço até que todas as marcas de lixamento produzidas estivessem na mesma direção. Depois disto, foi feito novo escovamento com os cilindros posicionados a 90 ° ao eixo de lixamento inicial. A homogeneidade superficial do tratamento foi visualizada através de análises feitas em um microscópio ótico. Depois de escovados, os cilindros foram limpos em água deionizada corrente, seguidos de banho de ultra-som em acetona P.A. por 15 minutos.

O ataque ácido dos cilindros do grupo E foi realizado em banho de ultra-som em duas soluções ácidas: ácido clorídrico P.A. e ácido fluorídrico 5 %. Em cada solução os cilindros ficaram imersos por 15 s, sendo limpos em água deionizada corrente antes de nova imersão. Esse processo foi repetido mais duas vezes. Da mesma forma que os escovados, os implantes foram limpos em água deionizada corrente, seguidos de banho de ultra-som em acetona P.A. por 15 minutos. Após a realização desses tratamentos, os implantes foram enviados para a empresa para serem esterilizados em óxido de etileno.

3.3.2 Técnica Cirúrgica

As cirurgias foram realizadas com instrumental previamente esterilizado em autoclave por calor úmido, sendo padronizado para todos os animais. Toda a equipe cirúrgica utilizou equipamento de proteção individual (EPI).

Como medicações pré-anestésicas, foram administrados 0,1 mg/kg de maleato de acepromazina (*Acepran* 1 %) e 2 mg/kg de meperidina (*Dolosal*) por via intramuscular (IM). Após cerca de 15 minutos, foi obtido acesso vascular e administrado, imediatamente, 20 mg/kg de cefalotina sódica. A indução anestésica foi realizada com propofol (2 – 4 mg/kg) via intravenosa (IV) e, após intubação

oro-traqueal, a anestesia foi mantida com isoflurano em oxigênio a 100 %, através de sistema reinalatório de anestesia. Foi associado à anestesia geral inalatória, bloqueio epidural com lidocaína e bupivacaína. Durante a intervenção cirúrgica foi administrada solução de ringer com lactato de sódio, em gotejamento venoso de 15 ml/kg/h. A monitoração das funções vitais foi mantida durante todo o período anestésico, utilizando oxímetro de pulso e eletrocardiógrafo.

Após a obtenção do efeito anestésico, foi procedida a tricotomia da região das tíbias e rádios. A anti-sepsia da pele do animal foi realizada com solução de iodo alcoólico a 2 % e o isolamento da região foi feito com campo fenestrado esterilizado. Os acessos cirúrgicos às tíbias e aos rádios dos animais foram obtidos por meio de incisões longitudinais acompanhando o longo eixo dos ossos. Após o afastamento dos tecidos moles e a exposição da cortical óssea, foram feitas as marcações para o posicionamento dos implantes, de acordo com as indicações de espaçamento feitas em uma guia (*template*) de alumínio. A guia foi fixada ao osso com auxílio de uma pinça e as marcações foram feitas com uma broca de 1,5 mm.

Posteriormente, foi feito um aplainamento da cortical óssea com uma broca fresa, acoplada à peça de mão reta, com o intuito de aumentar a região de contato entre a superfície do implante com a superfície óssea. Após essa etapa, foram implantados os cilindros de titânio com distância média de 10 mm entre si. Os cilindros foram estabilizados (fixados) por um parafuso de Ti6Al4V medindo 1,5 x 6,0 mm, inserido em seu orifício central, para garantir uma melhor adaptação à cortical óssea. Todo o processo de perfuração e raspagem óssea foi realizado com irrigação de soro fisiológico, a fim de evitar danos à cortical óssea devido à elevação de temperatura causada pelo processo.

Após a implantação dos cilindros, foi realizado cuidadoso reposicionamento do perióstio para sua localização original e feita a sutura por pontos simples. A sutura da ferida operatória foi feita pela técnica contínua simples, utilizando-se fio agulhado de *nylon* 2 - 0. Na Figura 25, apresenta-se um quadro com as imagens referentes às etapas do processo cirúrgico.

Como protocolo analgésico pós-operatório, foi utilizado anti-inflamatório não-esteroidal (ketoprofeno 1 mg/kg IM 24 – 24 horas por 5 dias) e opióide (tramadol 2 mg/kg IM 8 – 8 horas por 48 horas). Também foram realizados curativos diários

com solução fisiológica e gaze estéril. A sutura cutânea foi removida aos 10 dias de pós-operatório.

Realizado o procedimento cirúrgico, os animais foram recolocados em suas baias originais e assistidos diariamente pelos técnicos e pesquisadores até a data prevista para sua morte. Os ovinos foram mortos após 30 e 60 dias de pós-operatório. A morte dos animais foi realizada utilizando injeção letal de tiopental sódico, via endovenosa.

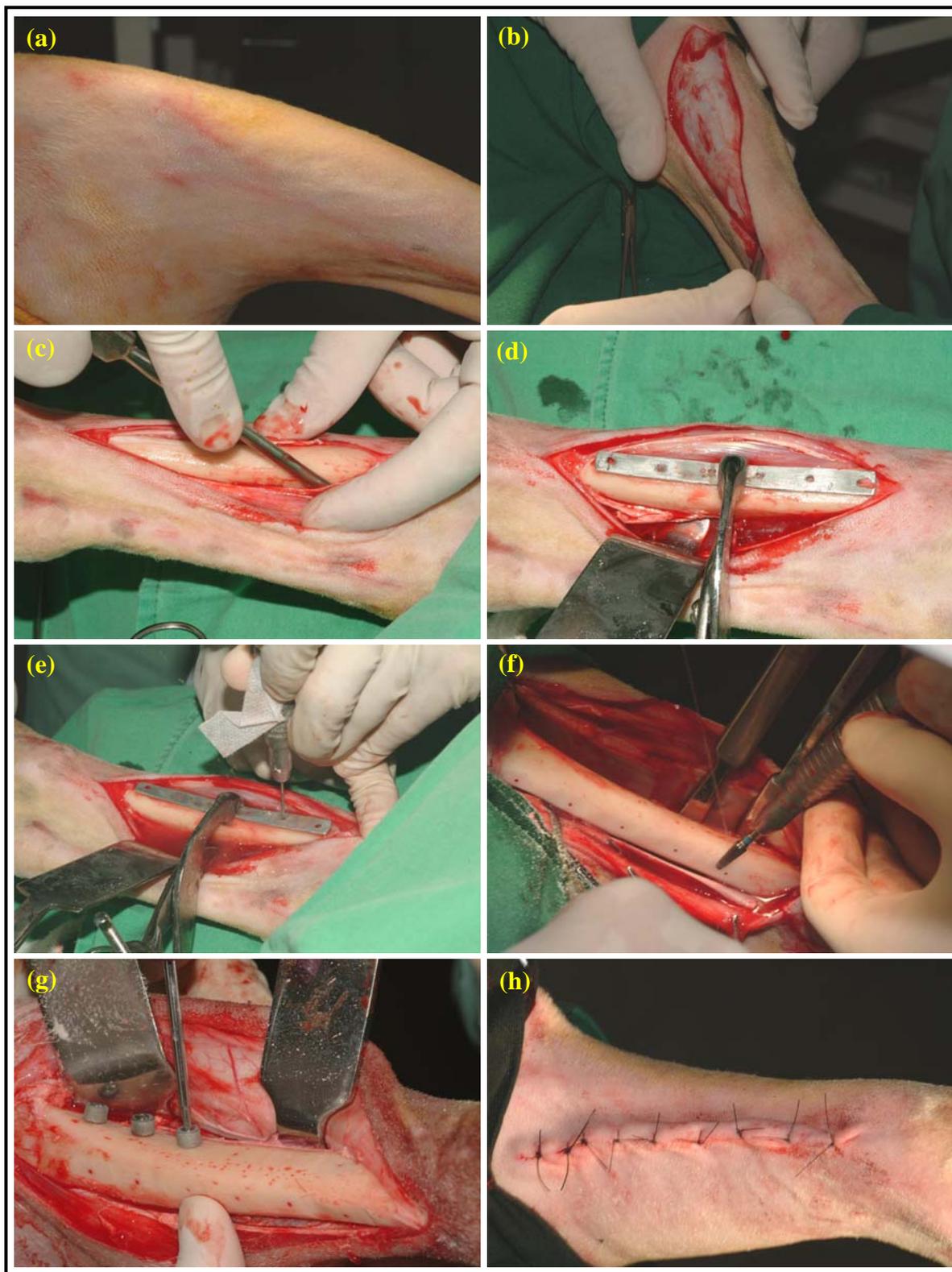


Figura 25 Em (a) Exposição e anti-sepsia do campo a ser operado; (b) Tricotomia da região; (c) Exposição da cortical óssea pelo afastamento dos tecidos moles e periósteo; (d) Adaptação do *template* para a marcação dos locais de inserção dos implantes; (e) Marcação do local dos implantes; (f) Aplainamento da cortical óssea; (g) Inserção dos implantes; (h) Sutura da ferida operatória.

3.3.3 Preparação das amostras para análises de caracterização

A avaliação estrutural, morfológica e composicional dos implantes foi realizada através das técnicas de caracterização de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersa (EDS), fluorescência de raios X (XRF), rugosimetria e ensaio de resistência à corrosão. Antes de realizar as análises, todas as amostras foram limpas em banho de ultra-som em acetona P.A. por 15 minutos. Todas as análises foram realizadas na superfície em que estaria em contato com o osso, caso o implante estivesse inserido no animal.

As micrografias feitas por MEV e as análises feitas por EDS foram realizadas no Centro de Microscopia e Microanálise – CEMM – da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, em um equipamento marca Phillips, modelo XL 30.

Na caracterização da composição química dos cilindros de titânio pela técnica de EDS, foram realizadas duas análises na região superficial de cada amostra, sendo utilizado duas amostras por tratamento, resultando em um conjunto de quatro medidas por tratamento superficial. O tempo de cada análise foi de 40 s. Com o intuito de permitir a observação de possíveis contaminações por metais pesados, a energia dos elétrons incidentes utilizada foi de 20 keV. O cálculo das concentrações relativas foi realizado pelo *software* do equipamento, o qual é calibrado com padrões internacionais com pureza de 99,99%. Não foi necessário realizar algum tratamento adicional para efetuar as análises.

As medidas de XRF foram realizadas em um Espectrômetro Seqüencial de Fluorescência de Raios X por Comprimento de Onda, da marca Shimadzu, modelo XRF – 1800, no Laboratório de Caracterização de Superfície do GEPSI.

Para estas análises, uma vez que o porta-amostras do equipamento é apropriado para amostras finas e largas, foi construída uma máscara de polietileno, com o intuito de manter a superfície da amostra nivelada com a superfície do porta-amostras. Para esta análise, foram utilizadas duas amostras por tratamento, sendo realizadas duas análises por amostra. Da mesma forma que nas análises de EDS, nas análises de XRF, o cálculo das concentrações relativas foi feito pelo *software* do equipamento.

As medidas de rugosidade foram feitas procurando-se abranger toda superfície do cilindro, sendo realizadas análises nas regiões ao redor da rosca central. Para estas análises foi utilizado um rugosímetro da marca Mitutoyo, modelo SurfTest SJ – 201P, pertencente ao Laboratório de Materiais da Faculdade de Odontologia da PUCRS. Em cada amostra foram realizadas 15 medidas, assumindo-se como valor válido a média das medidas de R_a obtidas.

Para avaliar a resistência à corrosão dos cilindros de titânio, foram utilizadas duas amostras de cada tratamento, sendo que apenas a superfície tratada ficou exposta ao meio corrosivo, sendo desconsideradas as superfícies laterais e a do furo central do cilindro, uma vez que estas foram recobertas com esmalte para evitar exposição ao meio, como pode ser visto na Figura 26.



Figura 26 Amostras adaptadas no porta amostras para ensaio de resistência à corrosão.

Os ensaios de resistência à corrosão foram realizados de acordo com as indicações contidas na norma ASTM F 746, em regime de imersão total utilizando como eletrólito uma solução de NaCl a 0,9 %, de acordo com o projeto de norma ISO/CD 16428, o qual padroniza as condições do ensaio para materiais destinados a implantes cirúrgicos ou a seus componentes, com controle de pH de 7,1 e temperatura constante de $37,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$).

O equipamento utilizado foi um AutoLab modelo PGSTAT 302, com potenciostato com precisão de 0,01 nA e 0,1 nV. Para todas as amostras foi feita uma aquisição via computador, monitorando continuamente a tensão entre o eletrodo de referência, a amostra e a densidade de corrente de dissolução medida no eletrodo de platina (frequência de aquisição de 1 s).

3.3.4 Preparação das Amostras para Ensaio de *Pull Out*

Após a morte dos animais, suas tíbias e rádios foram removidos e acondicionados, separadamente, em solução de glutaraldeído 2 %. Os ossos foram serrados com o intuito de isolar os implantes, os quais foram reconicionados em potes contendo glutaraldeído 2 %, separados de acordo com o tipo de tratamento superficial e a qual ovelha pertencente.

Posteriormente, as amostras foram limpas em água deionizada corrente e embutidas em resina acrílica de co-polímero de metilmetacrilato (*Jet* – Clássicos Produtos Odontológicos[®]), para garantir uma melhor adaptação da garra inferior do equipamento de tração e impedir possíveis fraturas dos ossos pela pressão feita pela garra.

Os parafusos de fixação dos implantes ao osso foram cuidadosamente removidos com o mesmo instrumental utilizado para sua colocação (chave de mão com conexão *Philips*). Para garantir uma fixação adequada da garra superior do equipamento e aplicação do teste de *pull out*, foi necessário adaptar um parafuso sobre a rosca do implante com auxílio de um agente colante (*Araldite*[®]). Na Figura 27, são mostradas imagens de amostras preparadas para o ensaio de *pull out*, conforme descrito anteriormente. Na imagem (a) é possível observar leve desrosqueamento do parafuso de fixação. Na imagem (b) é mostrado o conjunto de garras utilizado para a fixação das amostras e a realização do ensaio. Também é possível observar o parafuso de adaptação utilizado para prender a amostra na garra superior do equipamento.

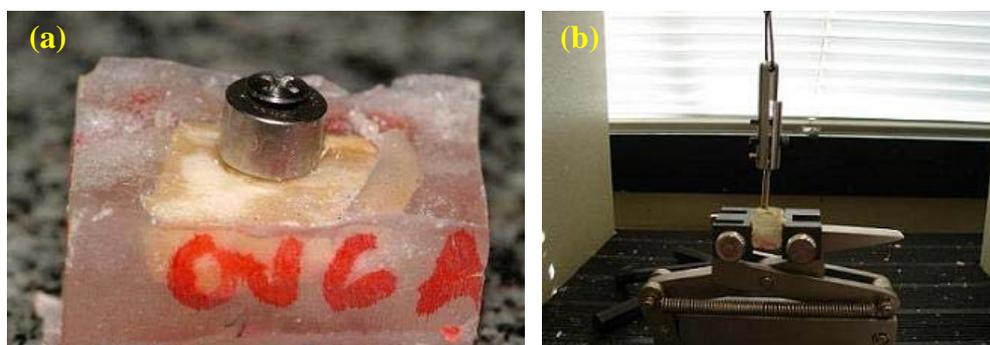


Figura 27 Em (a): imagem de uma amostra fixada em resina acrílica. Em (b): imagem de uma amostra presa ao dispositivo de garras do equipamento de tração mecânica.

A avaliação do grau de adesão osso/implante (osseointegração) foi baseada nos resultados dos ensaios de tração mecânica (*pull out*) realizados de acordo com as recomendações da norma ASTM C 633 – *Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings*. Para a realização dessas análises, foram utilizados 18 implantes de cada grupo.

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Materiais, pertencente à Faculdade de Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, em um equipamento de ensaio universal da marca Emic, modelo DL 2000, com capacidade para tração de até 1000 kgf e resolução de 0,01 kgf. Os ensaios foram efetuados com taxa de carga de 1 mm/min, utilizando células de carga de 50 e 500 N.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Caracterização dos Implantes de Titânio

4.1.1 Composição Química

Os resultados de EDS e XRF obtidos para todas as amostras foram muito semelhantes, com exceção das amostras do grupo F. Na Figura 28, são mostrados os resultados obtidos para a amostra do grupo B; e os resultados obtidos para as amostras do grupo F, na Figura 29.

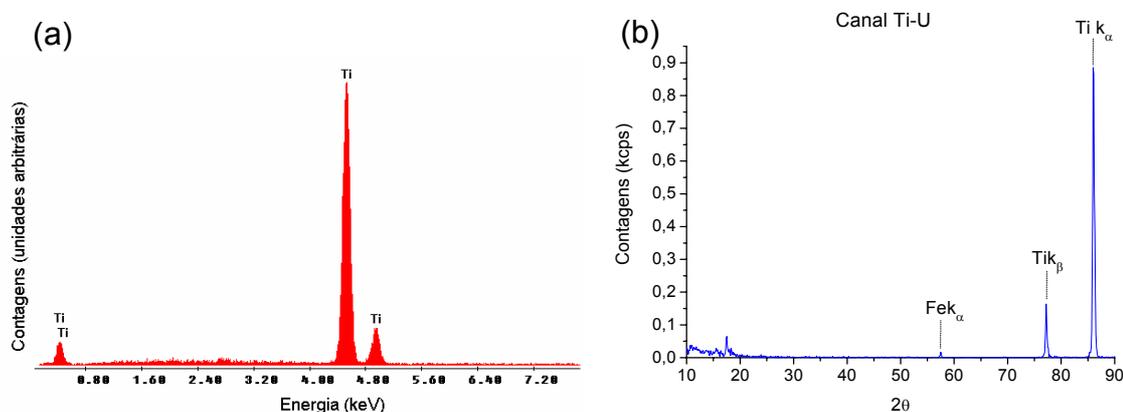


Figura 28 Resultados de composição química obtidos para amostra do grupo E. Em (a): espectro de EDS, indicando não haver presença de contaminantes. Em (b): Difratoograma de XRF indicando presença de contaminante de ferro.

Como pode ser observado, pela técnica de EDS as amostras não apresentam contaminações pelas partículas de óxidos utilizadas no jateamento, ou por possíveis compostos formados no processo de ataque ácido. Os resultados indicaram que as amostras também não apresentam contaminações por metais pesados, uma vez que todos os picos de energia presentes nos espectros estão concentrados em energias

menores que 6 keV. Desta forma, as análises quantitativas feitas pelo *software* do equipamento mostraram que o teor de titânio presente nas amostras é de 100 %.

Também é possível observar que, na análise de XRF, aparecem as linhas K_{α} e K_{β} características do titânio e, muito fracamente, a linha K_{α} do ferro. Os dois primeiros picos do espectro são referentes ao alvo de ródio do tubo de raios X, não pertencendo à amostra. Os difratogramas obtidos para as demais amostras foram semelhantes ao mostrado na figura, variando apenas na intensidade do pico da linha K_{α} do ferro. Mesmo que em todos os difratogramas obtidos seja possível observar o pico K_{α} do ferro, as análises quantitativas indicaram que todas as amostras estão de acordo com as especificações da norma NBR ISO 5832-2 quanto ao teor de ferro para o titânio grau 4.

Os resultados obtidos para as amostras do grupo F são mostrados na Figura 29. No espectro, é possível ser observada a existência de contaminações por oxigênio e ferro.

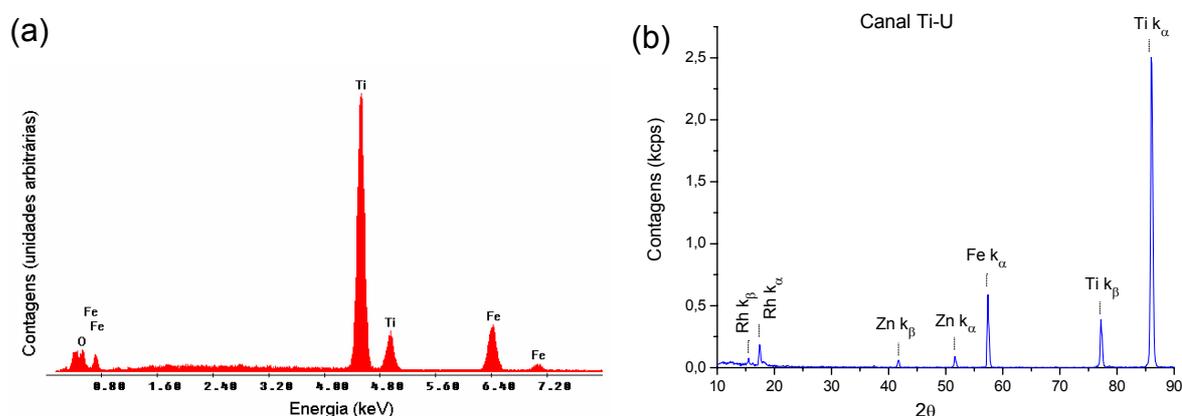


Figura 29 Resultados de composição química obtidos para amostra do grupo F. Em (a) espectros de EDS, indicando presença de contaminantes de oxigênio e ferro e alumínio. Em (b): difratogramas de XRF indicando presença de contaminantes de ferro e zinco.

As contaminações por ferro podem ser provenientes das cerdas de aço do equipamento utilizado para realizar o escovamento, enquanto que a presença de zinco pode ser proveniente de contaminação dos parafusos utilizados para fixar os cilindros para o escovamento.

Os resultados quantitativos dos teores de contaminantes presentes nas amostras são mostrados na Tabela 8.

Tabela 8 Comparativo entre os resultados quantitativos obtidos pelas técnicas de EDS e XRF dos contaminantes presentes. Percentuais em peso.

GRUPO	Fe XRF/EDS	O XRF/EDS	Al XRF/EDS	Zn XRF/EDS
A	0,35/Não detectado	Não detectado	Não detectado	Não detectado
B	0,36/Não detectado	Não detectado	Não detectado	Não detectado
C	0,37/Não detectado	Não detectado	Não detectado	Não detectado
D	0,40/Não detectado	Não detectado	Não detectado	Não detectado
E	0,36/Não detectado	Não detectado	Não detectado	Não detectado
F	5,46/18,55	Não detectado/24,23	0,99/Não detectado	0,63/Não detectado
G	0,395/Não detectado	Não detectado	Não detectado	Não detectado

Através dos resultados das análises de XRF é possível observar que o teor de ferro detectado por esta técnica foi inferior ao detectado por EDS. Além disso, não foi observada a presença de oxigênio, sendo detectado zinco em concentrações inferiores a 1% em peso.

A grande concentração de oxigênio encontrada pela técnica de EDS pode ser devido à sobreposição da linha L_{α} do titânio (0,45 keV) com a K_{α} do oxigênio (0,52 ekeV). Isto pode ser comprovado pelo fato de não ter sido encontrado contaminações por oxigênio pela técnica de XRF e pela diferença no teor de titânio encontrado por ambas as técnicas. Porém, não é possível afirmar que a ausência de contaminação por oxigênio, uma vez que a concentração existente na amostra pode estar abaixo da detectada pelo equipamento.

Exceto as amostras do grupo F, todas as demais que foram analisadas apresentaram teor de ferro dentro das especificações da norma NBR ISO 5832-2 para titânio grau 4. Assim sendo, os resultados qualitativos e quantitativos obtidos por XRF corroboram com os resultados obtidos na análise de EDS, indicando ausência de contaminações nas mesmas.

4.1.2 Morfologia Superficial

As médias dos valores de rugosidade R_a obtidos são mostradas na Tabela 9, onde é possível observar que a amostra do grupo G foi a que apresentou maior variação entre as medidas realizadas, apresentando maior R_a médio.

Tabela 9 Resultados de rugosimetria obtidos para os cilindros de titânio.

GRUPO	R_a mínimo (μm)	R_a máximo (μm)	Média (μm)	Desvio Padrão (μm)
A	0,12	0,23	0,14	0,03
B	0,43	0,63	0,49	0,06
C	0,44	0,69	0,53	0,08
D	0,48	0,86	0,66	0,11
E	0,41	0,55	0,49	0,04
F	1,16	1,98	1,61	0,24
G	0,90	3,14	2,02	0,73

De acordo com os resultados obtidos através da análise estatística de Tukey (5% de probabilidade de erro) as rugosidades R_a medidas para cada grupo apresentaram diferenças estatisticamente significantes entre si, indicando que os diferentes tratamentos de superfície resultaram em valores de rugosidade superficial heterogêneos.

A Tabela 10 apresenta os valores de R_a médios obtidos para os grupos, os quais foram agrupados de acordo com a consistência entre eles. De acordo com o resultado da análise, os grupos B, C, D e E apresentaram consistência entre si, ao passo que o grupo F apresentou maior heterogeneidade do que os demais grupos.

Tabela 10 Análise estatística de Tukey referente aos valores de rugosidade obtidos para as amostras.

GRUPO	N	Alpha = 0,05			
		1	2	3	4
A	15	0,1487			
E	15		0,4920		
B	15		0,4987		
C	15		0,5347		
D	15		0,667		
F	15			1,6167	
G	15				2,0253

Na Figura 30, é mostrado um gráfico com os erros atribuídos aos valores de rugosidade obtidos, onde é possível observar que, quanto maior o valor de rugosidade obtido, maior a margem de erro associada, sendo que o grupo G foi o que apresentou maior rugosidade R_a .

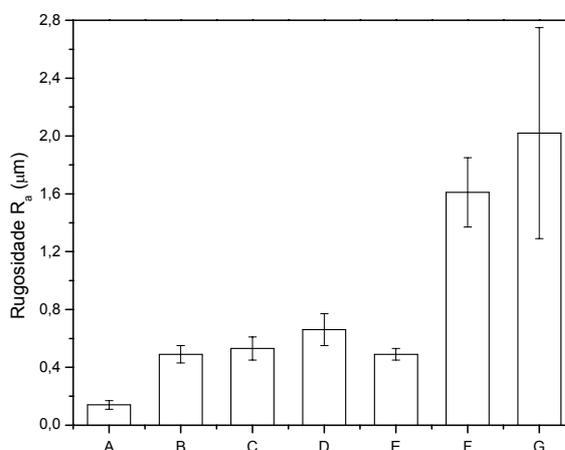


Figura 30 Gráfico das rugosidades R_a obtidas para os cilindros de titânio.

Com relação à estrutura da superfície, na Figura 31 são mostradas micrografias obtidas para o grupo A, onde é possível observar marcas de usinagem e a presença de buracos, os quais podem ser provenientes do processo de fabricação do titânio. É importante ressaltar que, na texturização dos implantes, todos os tratamentos de superfície realizados foram feitos a partir de superfícies lisas.

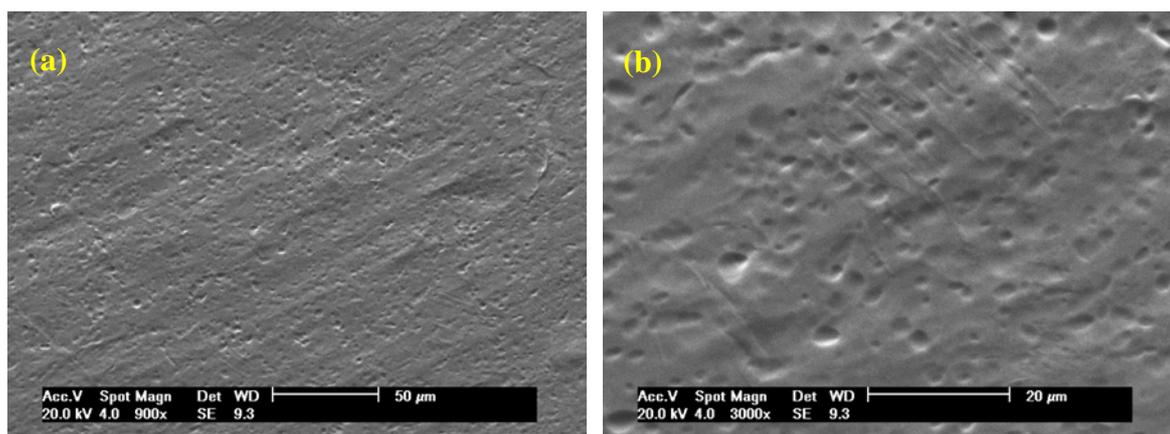


Figura 31 Micrografias da Amostra 1 do grupo A, onde pode ser observadas as marcas de usinagem na superfície. Em A: aumento de 900 x. Em B: aumento de 3000 x. Imagens obtidas no modo SE.

As micrografias das superfícies feitas por MEV indicaram haver pequena semelhança na estrutura de picos e vales encontrada nas superfícies dos cilindros dos grupos B e E, e entre as dos grupos C e D. Na Figura 32, são mostradas micrografias das amostras destes grupos.

De modo geral, pode-se dizer que a diferença principal entre as superfícies das amostras destes quatro grupos está no tamanho dos picos e vales presentes e na quantidade de crateras existentes. Isto por que o ataque ácido realizado em uma superfície jateada reage preferencialmente nas regiões de maior energia, ou seja, nos picos formados pelo impacto das partículas na superfície. No caso da superfície lisa, o ataque ácido age de maneira mais uniforme em toda a superfície.

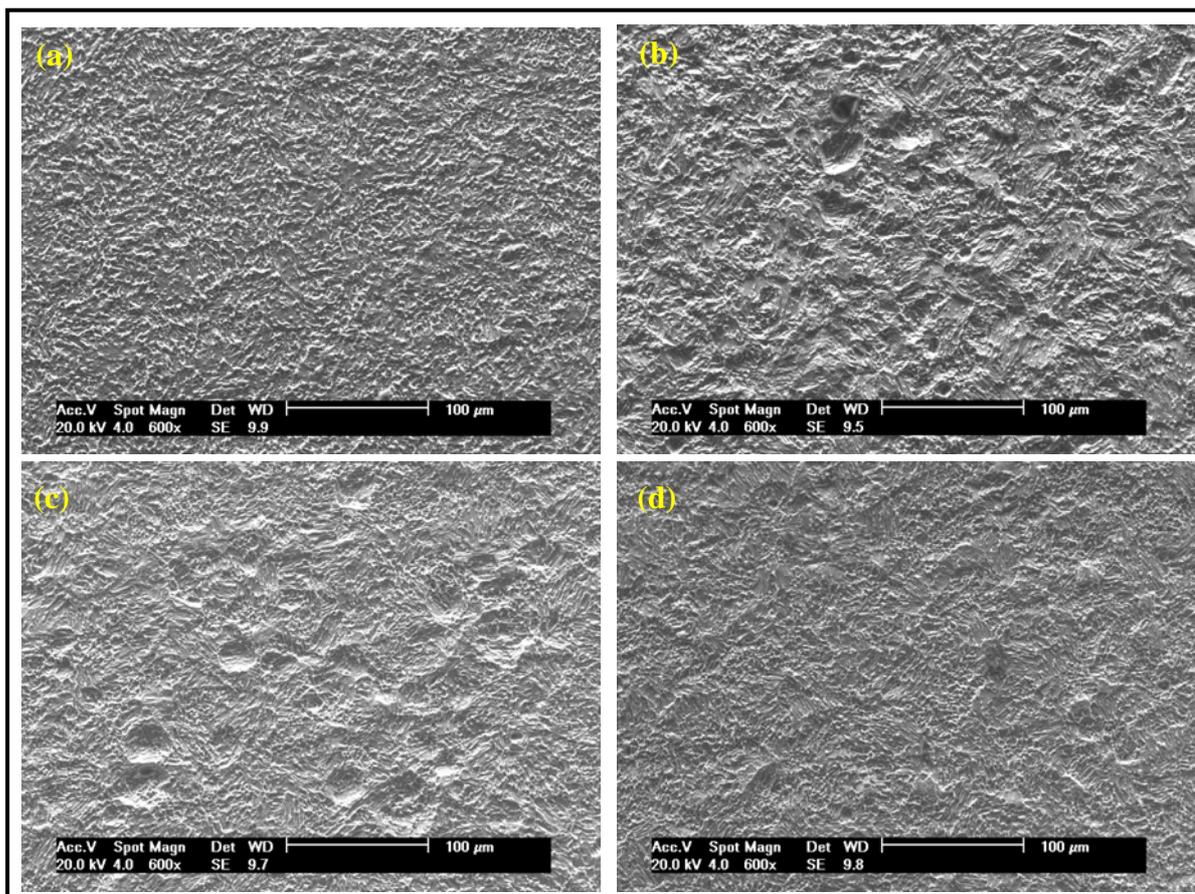


Figura 32 Em (a): micrografia da amostra do grupo B. Em (b): micrografia da amostra do grupo C. Em (c): micrografia da amostra do grupo D. Em (d): micrografia da amostra do grupo E. Aumentos de 600 x, imagens obtidas no modo SE.

Como pode ser observado nas micrografias, nas amostras dos grupos C e D, é possível observar a presença de crateras geradas pelo processo de jateamento, as quais podem ser oriundas da força do impacto das partículas na superfície.

Em aumentos maiores, é possível observar que o efeito do ataque ácido se sobressai ao efeito do jateamento, uma vez que só é possível observar a formação de picos e vales formados pelo ataque ácido, o que pode ser evidenciado pelos valores próximos de rugosidade R_a encontrados para estes grupos. Isto pode ser devido ao tempo de exposição da superfície ao ácido e ou da concentração utilizada.

Dentre as amostras analisadas, as superfícies dos cilindros do grupo F foram as que apresentaram estrutura diferente das demais, com regiões arredondadas e largas, similares a “escamas”, com ranhuras entre elas. Os efeitos do escovamento na superfície dos cilindros de titânio e do ataque ácido na superfície escovada podem ser vistos nas micrografias mostradas na Figura 33.

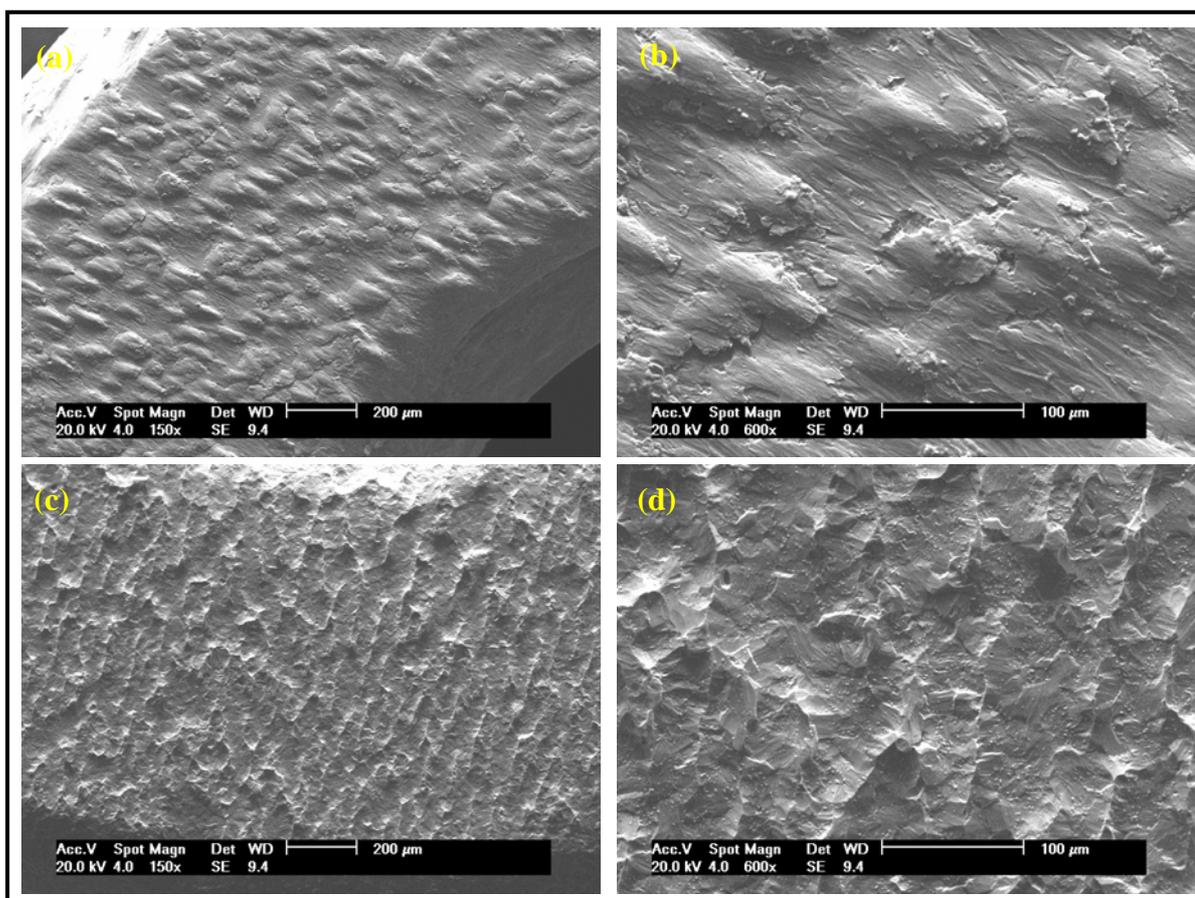


Figura 33 Em (a) e (b): micrografias da amostra do grupo F, aumentos de 150 e 600 x, respectivamente. Em (c) e (d): micrografias da amostra do grupo G, aumentos de 150 e 600 x, respectivamente. Imagens obtidas no modo SE.

Como pode ser observado, o ataque ácido eliminou as ranhuras do processo de escovamento, atacou as regiões de “escamas”, tornando a superfície mais rugosa, com picos agudos. Também é possível observar este tratamento superficial resultou em uma estrutura diferente das observadas nas superfícies jateadas seguido de ataque ácido, porém homogênea.

4.1.3 Resistência à Corrosão

Em relação ao potencial de repouso, todas as amostras apresentaram um comportamento semelhante em relação ao eletrodo de trabalho (corpo de prova) dentro da solução eletrolítica de NaCl a 0,9%. O comportamento do potencial de repouso das amostras é mostrado na Figura 34.

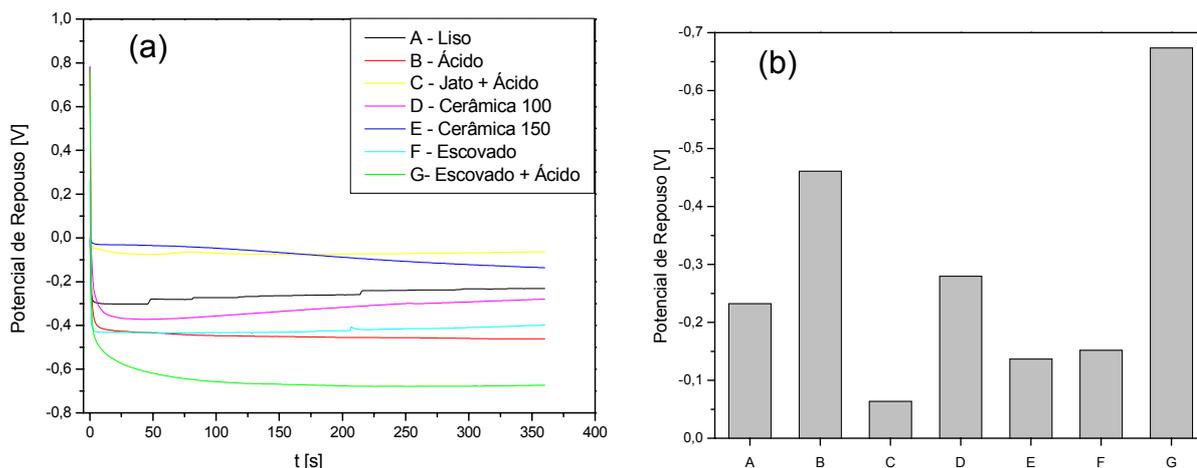


Figura 34 Em (a): curvas dos potenciais de repouso obtidas para as amostras após o período de avaliação do potencial aberto. Em (b): valores finais dos potenciais.

É possível observar que os valores do potencial de repouso obtidos para as amostras após uma hora (E_1) indicam que, apesar das variações, todas apresentam comportamento nobre frente à corrosão.

Quanto ao comportamento corrosivo com aplicação do potencial de + 0,8 V, todas as amostras passivaram com o passar do tempo e as densidades de corrente não ultrapassaram o valor de $35 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ durante todo o período do ensaio, com exceção das amostras dos grupos A, C e E, que inicialmente apresentaram valores acima de $50 \mu\text{A}/\text{cm}^2$, mas que com o decorrer do ensaio a densidade de corrente caiu para valores inferiores a $20 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. A amostra do grupo B foi a que apresentou menor variação de densidade de corrente, de apenas $2 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ durante todo o período do ensaio. As curvas de densidade de corrente em função do tempo obtidas para as amostras podem ser vistas na Figura 35.

Como pode ser observado pelo gráfico (a) da Figura 35, todas as amostras analisadas apresentaram passivação espontânea com aplicação do potencial durante todo o período do ensaio. No gráfico (b) da Figura 35, pode-se observar que o grupo G foi o que apresentou maior valor de densidade de corrente ao final do ensaio, o que era esperado, uma vez que este grupo apresentou maior valor médio de rugosidade R_a , o que significa maior área superficial exposta ao meio salino.

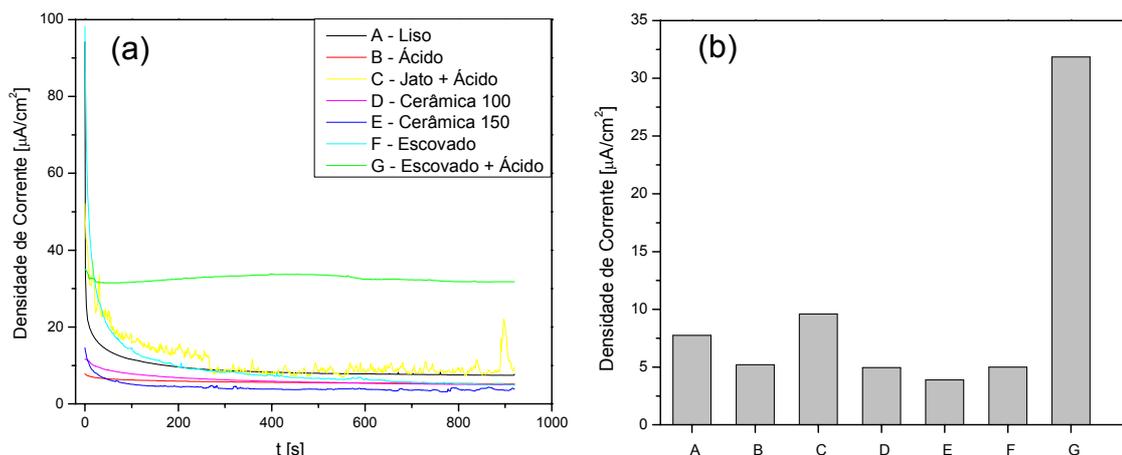


Figura 35 Em (a): curvas de densidade de corrente obtidas para as amostras após o teste de resistência à corrosão. Em (b): valores finais das densidades de corrente.

Após as análises de corrosão, foi possível observar que todas as amostras apresentaram excelente desempenho, obtendo valores de densidade de correntes de corrosão muito inferiores ao limite considerado pela norma ASTM F-746 como de corrosão ativa por pites ($500 \mu\text{A}/\text{cm}^2$).

4.2 Avaliação da Osseointegração

Durante o processo de preparação das amostras para a realização do teste de *pull out*, na etapa de remoção dos parafusos de fixação dos implantes ao osso e inserção dos parafusos para fixação na garra do equipamento, foram perdidas 14 amostras do grupo de 30 dias, sendo duas amostras do grupo A (lisa), uma do grupo B (tratada com ácido), uma do grupo C (cerâmica seguido de ataque ácido), uma do grupo D (cerâmica 100 seguido de ataque ácido), uma do grupo E (cerâmica 150 seguido de ataque ácido), quatro do grupo F (escovado) e quatro do grupo G (escovado seguido de ataque ácido). Do grupo de 60 dias, foi perdida uma amostra do grupo D, indicando que o período de 30 dias foi insuficiente para avaliar a osseointegração dos implantes.

Durante a realização do teste, foram perdidas mais 13 amostras do grupo de 30 dias, devido à manipulação das mesmas. Destas, uma era do grupo A, quatro do grupo B, quatro do grupo D, três do grupo F e uma do grupo G. Do grupo de 60 dias, foram perdidas uma amostra do grupo D e outra do grupo F por problemas de erro do *software*, que não gravou os dados obtidos no ensaio das amostras.

Devido a grande quantidade de amostras perdidas do grupo de 30 dias, não foi possível estabelecer uma relação entre os valores de rugosidade superficial com os valores obtidos no ensaio de *pull out*. O grupo D foi o que apresentou maior resistência à tração, atingindo 0,742 MPa (ovelha 2, amostra 2). Porém, esse grupo não apresentou uniformidade nos valores de tensão obtidos. O grupo C foi o que obteve menor valor de tensão, 0,019 MPa. Da mesma forma que o grupo F, os valores de tensão obtidos para o grupo C não apresentaram uniformidade, variando de 0,019 a 0,616 MPa. Os valores de tensão máxima obtidos para o grupo de 30 dias são mostrados na Tabela 11.

Tabela 11 Valores máximos de tensão obtidos para os implantes inseridos por 30 dias, de acordo com a ovelha na qual foram implantados.

GRUPO	OVELHA 1 (MPa)			OVELHA 2 (MPa)			OVELHA 3 (MPa)			Média Geral (MPa)	Desvio Padrão (MPa)
	Amostras			Amostras			Amostras				
	1	2	3	1	2	3	1	2	3		
A	X	X	X	X	X	X	0,130	X	X	0,13	---
B	0,021	0,479	X	0,459	X	X	0,497	X	X	0,36	0,20
C	0,095	X	X	0,616	0,161	X	0,019	0,245	X	0,23	0,20
D	0,498	0,020	0,149	0,305	0,742	X	X	X	X	0,34	0,25
E	0,259	0,469	X	0,089	0,074	X	0,189	X	X	0,22	0,14
F	X	X	X	X	X	X	0,275	X	X	0,27	---
G	0,097	0,027	X	0,087	X	X	X	X	X	0,07	0,03

Como pode ser observado, embora se tenha maior número de implantes medidos na ovelha 1, o maior valor de tensão foi observado no grupo D da ovelha 2, o que indica que a quantidade de implantes obtidos após o período de 30 dias não está associada com a qualidade da matriz óssea formada.

Devido à pequena amostragem resultante e a grande variação dos valores obtidos, não foi possível estabelecer uma relação de valores de tensão para cada tratamento. Embora tenha ocorrido grande perda de amostras para este o grupo, foi demonstrado, na literatura, que testes biomecânicos são indicadores mais sensíveis para se avaliar a estabilidade da interface osso/implante do que avaliações histomorfométricas da área de contato osso/implante [65].

Os valores de tensão máxima para o grupo de 60 dias são mostrados na Tabela 12.

Tabela 12 Valores máximos de tensão obtidos para os implantes inseridos por 60 dias, de acordo com a ovelha na qual foram implantados.

GRUPO	OVELHA 4(MPa)			OVELHA 5(MPa)			OVELHA 6(MPa)			Média Geral (MPa)	Desvio Padrão (MPa)
	Amostras			Amostras			Amostras				
	1	2	3	1	2	3	1	2	3		
A	5,74	2,98	3,04	0,91	1,36	2,46	2,48	0,63	1,45	2,33	1,55
B	3,85	5,00	4,80	4,01	4,28	1,73	3,00	3,49	2,05	4,07	1,96
C	5,31	3,47	7,17	3,88	5,37	4,80	4,06	4,66	8,96	5,28	1,87
D	5,74	3,89	7,54	1,00	4,55	X	5,99	4,62	4,57	4,73	1,90
E	3,14	1,33	5,12	0,97	2,02	5,45	3,36	4,11	2,65	3,12	1,57
F	0,45	3,07	1,37	0,17	0,97	0,23	0,61	0,09	X	0,87	0,99
G	5,36	4,06	5,62	2,16	2,69	2,94	1,32	2,64	4,78	3,34	1,53

Como é possível observar, o grupo C foi o que apresentou os maiores valores de tensão, ao passo que todas as amostras do grupo F apresentaram valores muito abaixo dos demais grupos. Estes valores podem ser justificados pela presença de ferro na superfície das amostras, constatado pelas análises de XRF, uma vez que este atua como inibidor do crescimento ósseo. Também pode ser observado que o desvio padrão deste grupo foi superior à média das tensões, o que indica uma grande dispersão entre os valores de tensão obtidos para as amostras deste grupo.

É possível observar, também, que os valores de tensão obtidos para a ovelha 4, para todas as amostras, são superiores aos valores obtidos para as outras duas ovelhas. Por se tratar de uma pesquisa *in vivo*, o metabolismo do animal também atua como fator determinante nos resultados, uma vez que a presença de alguma irregularidade no organismo do animal, como inflamações ou doenças, pode alterar o metabolismo do mesmo, influenciando diretamente nos resultados. A Figura 36 apresenta um comparativo entre as médias obtidas para todas as amostras com as obtidas apenas para a ovelha 4.

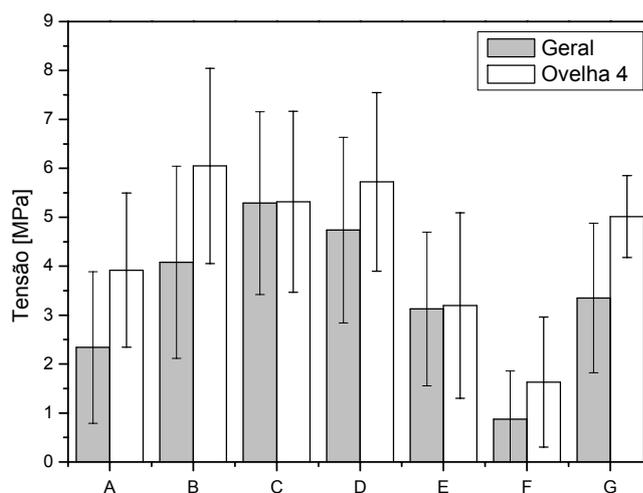


Figura 36 Gráfico comparativo entre a média geral das tensões máximas com a média obtida apenas para a ovelha 4.

Pelos dados mostrados no gráfico, com relação às médias obtidas para as amostras da ovelha 4, pode ser observado que todos os grupos alcançaram médias superiores à média geral, com exceção dos grupos C e E, os quais atingiram valores muito próximos à média geral. Analisando apenas a média geral das amostras, o grupo C foi o que apresentou maior média de tensão, o que não foi verificado na ovelha 4, cuja maior média foi obtida no grupo B.

Excluindo o grupo F, devido à provável inibição do crescimento ósseo causado pela presença de ferro, o grupo A foi o que apresentou menor desempenho, o que já era esperado para este grupo por apresentar superfície lisa, conforme consta na literatura [15,18,23,56]. Também se observa que o desvio padrão de todos os grupos foi elevado, o que indica que houve heterogeneidade entre as amostras de um mesmo grupo.

Comparando-se os valores de tensão obtidos para cada grupo, a análise estatística ANOVA realizada indicou que há, pelo menos, um par de tratamento cujas médias diferem significativamente ($p = 0$). Através do teste de Tukey, foi possível observar as diferenças entre os grupos, como é mostrado na Tabela 13.

Tabela 13 Resultado da análise estatística de Tukey para os valores de tensão obtidos.

GRUPO	N	Alpha = 0,05		
		1	2	3
F	8	0,8700		
A	9	2,3389	2,3389	2,3389
E	9		3,1278	3,1278
G	9		3,5078	3,5078
B	9		3,5789	3,5789
D	8			4,7375
C	9			5,2978

Estes resultados indicam que a maior significância encontrada é entre o grupo F e o grupo C. Excluindo o grupo F, entre os demais grupos não é possível observar significância expressiva, ou seja, os valores médios de tensão são homogêneos entre si. Isso significa que, embora o grupo C tenha apresentado a maior média de tensão, não significa que os valores obtidos para os demais grupos estejam díspares deste.

A Tabela 14 mostra valores de tensões obtidas em pesquisas científicas encontradas na literatura. Embora as metodologias dos trabalhos pesquisados na literatura sejam diferentes, é possível fazer esta comparação uma vez que os testes mecânicos adotados são similares e levam em consideração a força necessária para extrair o implante do osso e, também, a área superficial do mesmo em contato com o tecido ósseo.

Como pode ser observado pelos dados apresentados na Tabela 14, os resultados obtidos neste trabalho foram satisfatórios se comparados com os resultados encontrados na literatura, considerando-se que o tempo de implantação e o metabolismo dos modelos animais adotados são diferentes, sendo que coelhos apresentam metabolismo mais acelerado que o de cabras ou ovelhas. Levou-se em consideração, também, que os valores de rugosidade obtidos nesta pesquisa foram inferiores aos de trabalhos similares.

Tabela 14 Comparação entre valores de tensão máxima de ruptura obtidos nesta pesquisa com os valores encontrados em pesquisas similares encontradas na literatura.

Autor (Ano)/Referência	Material/Modelo Animal	Rugosidade Superficial (μm)	Tempo de Implantação	Tensão Máxima (MPa)
Li et al (1997)/[30]	Ti/Coelho	$R_a = 1,5$	6 semanas	0,5
Vercaigne et al (1998))/[30]	Ti6Al4V/Cabra	$R_a = 4,7$	12 semanas	2,9
Muller et al (2006))/[30]	Ti6Al4V/Coelho	7,25 + poros de 200 μm	12 semanas	1,82
		lisos + poros de 100 μm		3,52
		lisos + poros de 200 μm		4,94
Rønold et al (2002)/[31]	Ti grau 2/Coelho	lisos + poros de 300 μm	Não especificado	4,31
		$S_a = 1,43$		0,11
		$S_a = 0,63$		0,33
Rønold et al (2002)/[33]	Ti grau 2/Coelho	0,89	10 semanas	0,36
		1,25		0,68
		1,30		0,78
		1,80		0,94
		2,02		1,40
		3,62		1,79
		5,52		1,53
Rønold et al (2003)/[32]	Ti grau 2/Coelho	$S_a = 3,9$	8 semanas	0,54
		5,07		0,35
		11,03		0,09
Esta pesquisa (2007)	Ti grau 4/Ovelha	$R_a = 0,14$	8 semanas	2,33
		0,49		4,07
		0,53		5,28
		0,66		4,73
		0,49		3,12
		1,61		0,87
2,02	3,34			

* desconsiderados tratamentos de deposição de camadas. Testes utilizados foram de *push out*.

A Figura 37 mostra um gráfico comparativo entre as médias dos valores de rugosidade com os valores de tensão obtidos para todos os grupos. Comparando-se os grupos tratados superficialmente com o grupo A (grupo controle), observa-se que

o aumento da rugosidade da superfície dos implantes acarretou em aumento da força adesiva osso/implante (tensão média). Também pode se observar que a hipótese de que a rugosidade superficial atinja um valor otimizado pode ser plausível, uma vez que o maior valor de tensão média não foi encontrado nos grupos que apresentaram os maiores valores de rugosidade. Esta hipótese é conhecida na literatura, porém ainda não se chegou a um consenso sobre valores ideais de rugosidade, os quais teriam maior influência positiva no processo de osseointegração.

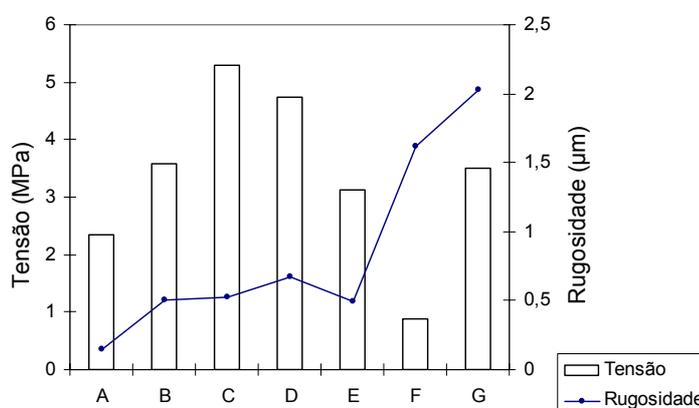


Figura 37 Gráfico comparativo entre as tensões médias e os valores médios de rugosidade R_a .

A Figura 38 mostra um gráfico relacionando os valores médios de tensão com os valores médios de rugosidade, onde é possível observar que os grupos F e G foram os mais díspares quando comparados com os demais.

Através de análise estatística de Regressão Quadrática, o valor de p encontrado foi de 0,244, o que indica não haver significância entre a rugosidade e a tensão máxima. Porém, ao se analisar apenas os tratamentos-padrão realizados pela empresa, é possível observar-se uma tendência de aumento da força adesiva com o aumento da rugosidade.

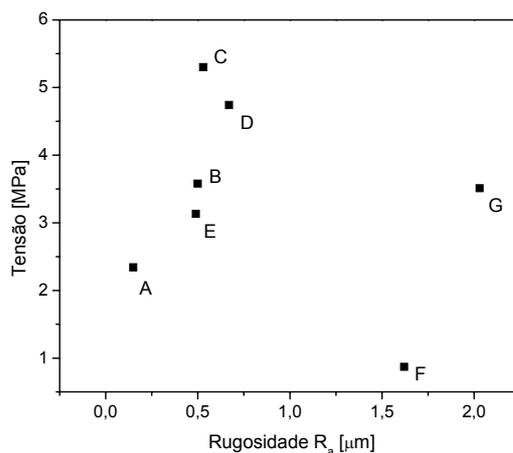


Figura 38 Relação entre as médias dos valores de tensão com os valores de rugosidade.

Na Figura 39, são comparadas as micrografias após o teste de tração obtidas para o grupo de 30 dias das amostras do grupo F e do grupo C, as quais obtiveram os menores e os maiores valores de tensão máxima de ruptura, respectivamente.

Como pode ser observado, mesmo obtendo-se baixos valores de tensão de ruptura, as amostras apresentaram crescimento de matéria orgânica nas superfícies em contato com o tecido ósseo. Nas imagens em BSE é possível observar que a matéria orgânica aderida não recobre toda a superfície dos implantes, sendo que a amostra do grupo B apresenta maior quantidade de matéria orgânica aderida.

Comparando-se as duas amostras, é possível observar que a matéria orgânica aderida na superfície da amostra do grupo C se apresenta de forma mais densa que na superfície da amostra do grupo F. Isto pode ser devido ao fato da presença de ferro na superfície dos implantes do grupo F, como já mencionado anteriormente.

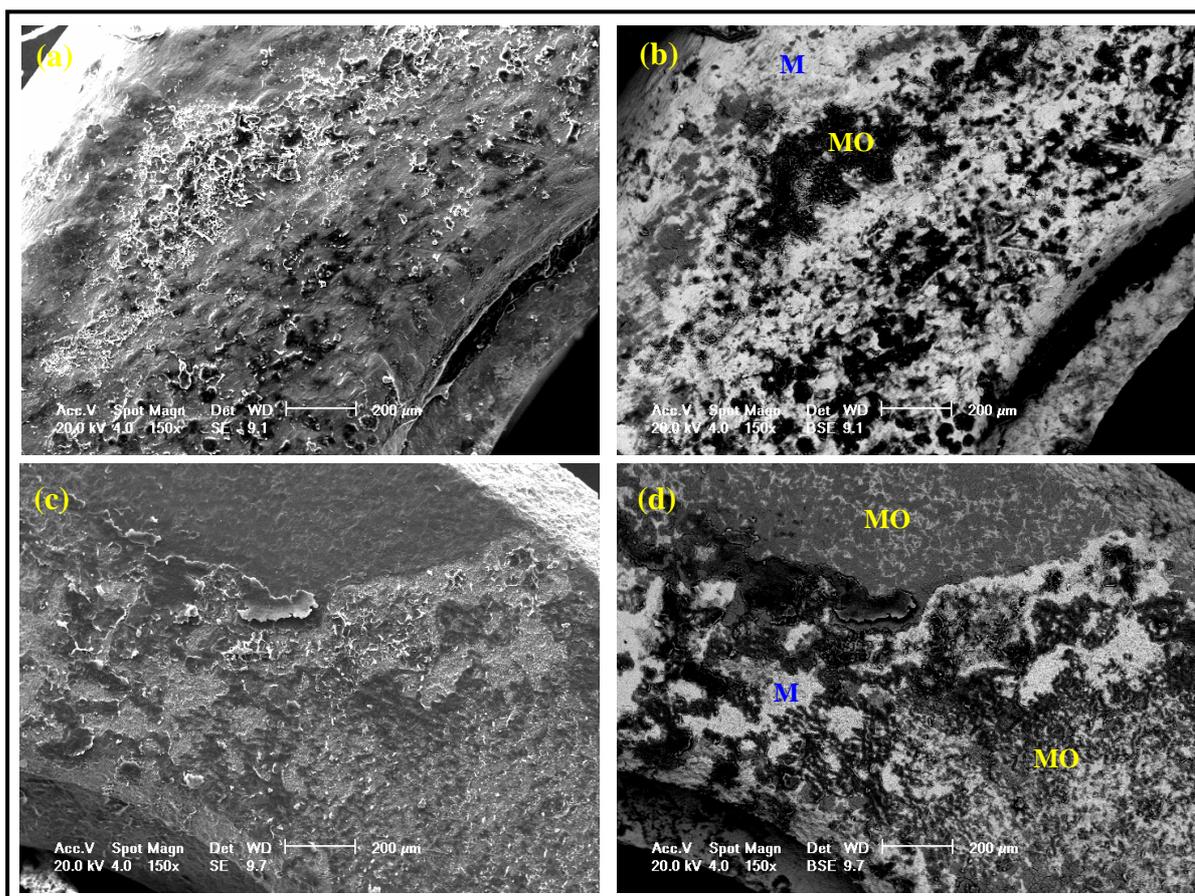


Figura 39 Micrografias após teste de *pull out* das superfícies das amostras do grupo de 30 dias, mostrando a quantidade de matéria orgânica (MO) aderida ao metal (M). Aumentos de 150 x. Em (a) e (b) amostra do grupo F. Imagens no modo SE e BSE, respectivamente. Em (c) e (d) amostra do grupo C. Imagens no modo SE e BSE, respectivamente.

Na Figura 40, são comparadas as micrografias obtidas para o grupo de 60 dias das amostras dos mesmos grupos mostrados anteriormente. Comparando-se as duas amostras, é possível observar que a do grupo C apresenta maior quantidade de matéria orgânica aderida na superfície do que a do grupo F.

Da mesma forma que o mostrado para as amostras de 30 dias, as imagens em BSE para as amostras do grupo de 60 dias também revelam que a matéria orgânica aderida não recobre toda a superfície dos implantes. É importante lembrar que estas imagens foram obtidas após o rompimento nos testes de tração e, desta forma, parte da matéria orgânica deve ter sido removida.

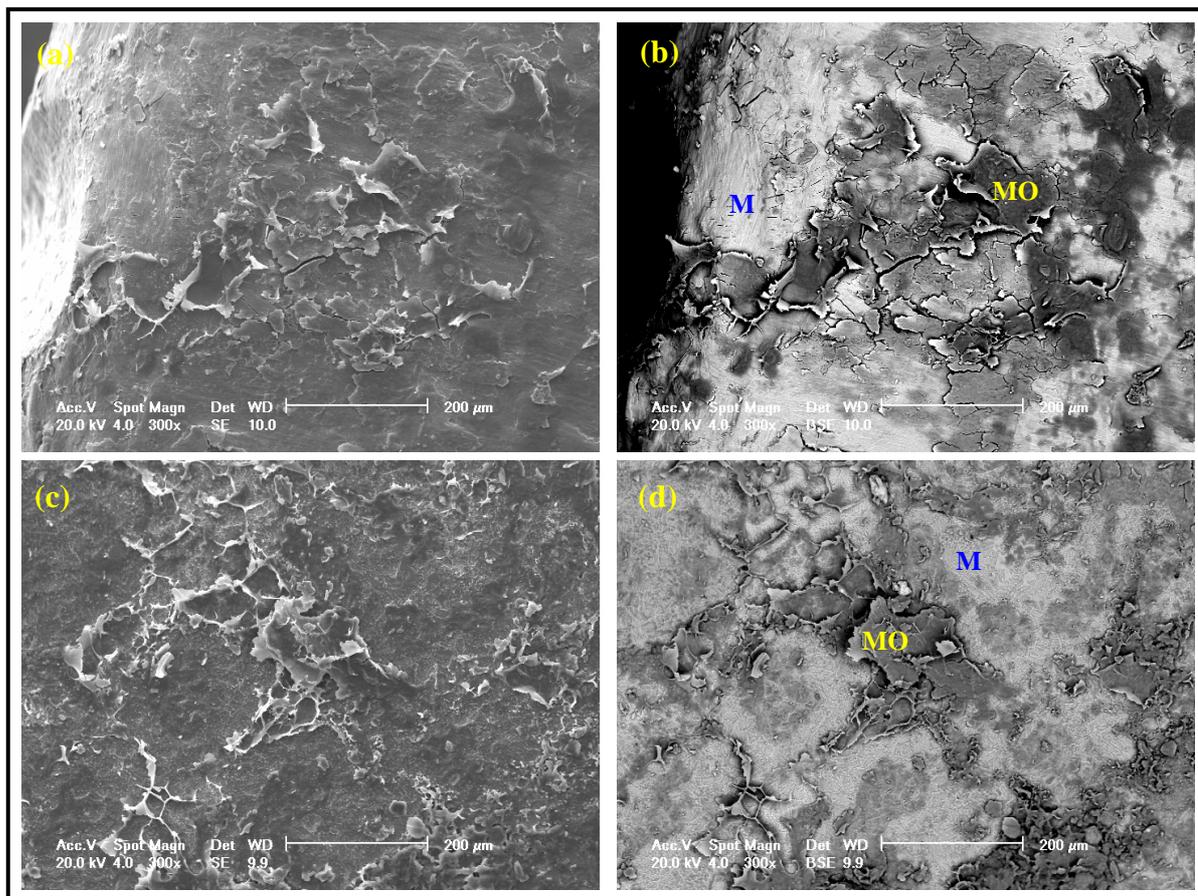


Figura 40 Micrografias após teste de *pull out* das superfícies das amostras do grupo de 60 dias mostrando a quantidade de matéria orgânica (MO) aderida ao metal (M). Aumentos de 300 x. Em (a) e (b) amostra do grupo F. Imagens no modo SE e BSE, respectivamente. Em (c) e (d) amostra do grupo C. Imagens no modo SE e BSE, respectivamente.

Na Figura 41, são mostradas imagens com aumentos de 900 x de regiões de matéria orgânica aderida às superfícies das amostras dos grupos C e F. Como pode observar-se, embora, aparentemente, as superfícies estejam menos recobertas que as das amostras do grupo de 30 dias, a matéria orgânica destas amostras se apresenta de forma muito mais densa que nas amostras de 30 dias, o que indica que o processo de osseointegração se encontrava em um nível mais avançado, o que justifica a diferença nos valores de tração encontrados entre ambos os grupos.

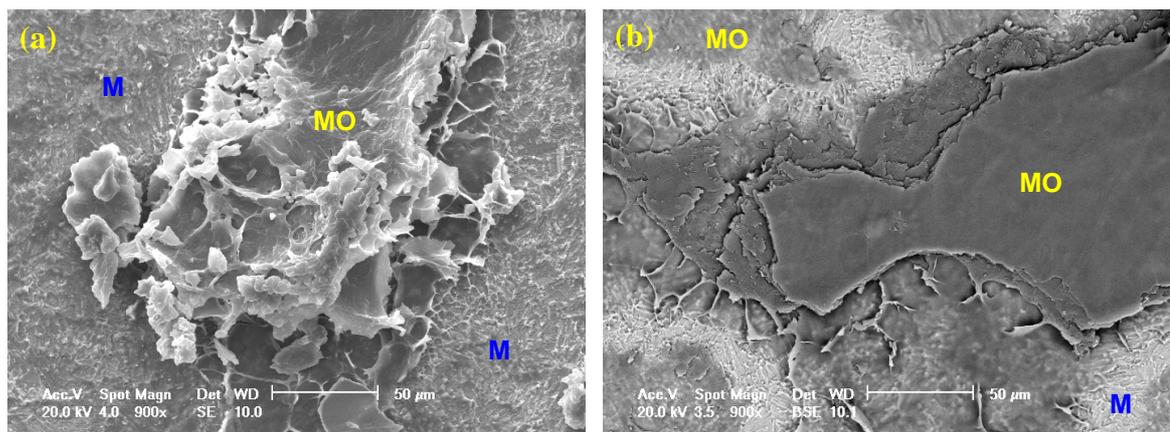


Figura 41 Micrografias das regiões de matéria orgânica. Em (a) amostra do grupo C, em (b) amostra do grupo F. Aumento de 900 x.

Na Figura 42 é mostrada a imagem da superfície da amostra do grupo F, onde podem ser observadas regiões onde ocorreram inibições da adesão da matéria orgânica à superfície do implante (halos de inibição). Este fenômeno pode ser devido à presença de contaminantes de ferro na superfície do mesmo.

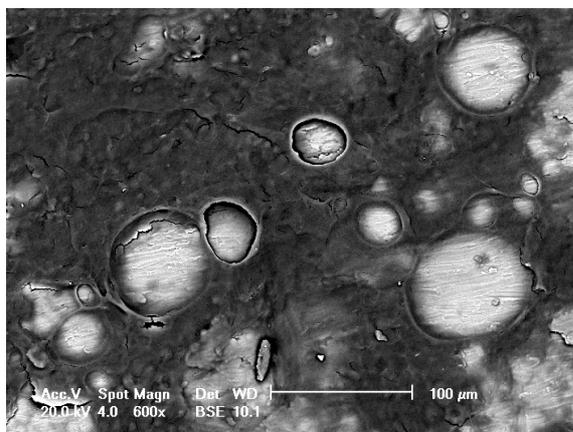


Figura 42 Micrografia da superfície da amostra do grupo F onde podem ser vistos halos de inibição devido contaminação por ferro na superfície do implante. Aumento de 600 x.

5 CONCLUSÃO

Respondendo à proposição inicial deste trabalho, ficou evidenciado que, embora as amostras do grupo de 30 dias tenham apresentado matéria orgânica aderida à superfície dos implantes, esta não se encontrava de forma densa o suficiente para garantir boa adesão dos implantes ao tecido ósseo. No caso das amostras do grupo de 60 dias, a matéria orgânica aderida à superfície se encontrava de forma mais densa, justificando a diferença nos valores de tensão de ruptura encontrados, mesmo não havendo total recobrimento das superfícies dos implantes.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS E SUGESTÕES

Ao término deste trabalho, pode-se concluir que todos implantes utilizados, com exceção dos do grupo F, estavam de acordo com as recomendações da NBR ISO 5832-2 quanto ao teor de contaminantes para o titânio grau 4 utilizado em implantes para cirurgia.

O resultado dos ensaios corrosivos mostrou que as amostras apresentaram uma elevada resistência ao desgaste corrosivo, estando de acordo com os critérios apresentados na norma ASTM F-746. Também foi possível observar que o comportamento da densidade de corrente de dissolução diminuiu para todos os grupos.

Não foi observado crescimento ósseo denso no grupo de 30 dias, indicando que, para o metabolismo da ovelha, este período não foi suficiente para que o processo de osseointegração ocorra satisfatoriamente.

O grupo C foi o que apresentou maior média de tensão; porém, uma vez que os valores do desvio padrão foram elevados, não é possível afirmar qual dos tratamentos estudados é o mais adequado para uso em implantes.

De modo geral, as técnicas de modificação superficial se mostraram eficazes no que diz respeito ao aumento da força necessária para arrancar o implante do osso, indicando que estes processos resultaram em um aumento de osseointegração, comparado com o grupo controle, de superfície lisa.

Não foi possível estabelecer uma associação clara entre os valores de rugosidade com os valores de tensão média para todos os grupos. Contudo, levando-se em consideração apenas os tratamentos desenvolvidos pela empresa, há uma relação direta entre rugosidade e a osseointegração dos implantes.

Para melhor avaliação dos tratamentos desenvolvidos neste trabalho, é necessário realizar estudos mais aprofundados dos mesmos. Porém, as amostras do grupo G apresentaram desempenho equivalente aos processos desenvolvidos na indústria.

A metodologia aplicada neste trabalho apresentou algumas falhas, verificadas no número de amostras perdidas durante o manuseio, principalmente no grupo de 30 dias. Porém, ainda sim, foi possível obter valores bastante satisfatórios de tensão máxima em comparação aos resultados encontrados na literatura.

Como sugestões para continuidade e aperfeiçoamento deste estudo pretende-se:

- estudar novos processos de tratamentos de superfície, como anodização controlada por eletroquímica;
- alterar o modo de fixação dos implantes;
- caracterizar os implantes antes de inseri-los em animais, a fim de que não se percam amostras devido a contaminações nas superfícies;
- analisar quimicamente as superfícies dos implantes após os testes de *pull out*, a fim de avaliar a qualidade e a quantidade de osso aderido à superfície;
- analisar histologicamente o material orgânico contido na região da rosca central do implante, a fim de avaliar a qualidade e quantidade de osso aderido à rosca;
- avaliar a molhabilidade dos implantes antes de serem inseridos, a fim de poder associá-la com a quantidade e qualidade da matriz orgânica aderida à superfície em curto prazo, uma vez que a capacidade hidrofílica da superfície do implante pode ser especialmente decisiva durante a adesão de proteínas;
- fazer análises topográficas por Microscopia de Força Atômica (AFM), a fim de obter melhores perfis topográficos, que possam auxiliar a esclarecer a relação entre rugosidade e crescimento ósseo, na superfície dos implantes, levando em conta a micro textura dos mesmos.

REFERÊNCIAS

- 1 GIAVARESI, G.; et al. Mechanical and histomorphometric evaluations of titanium implants with different surface treatments inserted in sheep cortical bone. **Biomaterials**, v.24, n.9, p.1583-1594, 2003.
- 2 GIAVARESI, G.; et al. Histomorphometric, ultrastructural and microhardness evaluation of the osseointegration of a nanostructured titanium oxide coating by metal-organic chemical vapour deposition: an in vivo study. **Biomaterials**, v.25, n.25, p.5583-5591, 2004.
- 3 GRIZON, F.; et al. Enhanced bone integration of implants with increased surface roughness: a long term study in the sheep. **Journal of Dentistry**, v.30, p.195-203, 2002.
- 4 NAGEM FILHO, H.; et al. Influência da textura superficial dos implantes. **Odonto Ciência**, v.22, n.5, p.82-86, 2007.
- 5 ABRON, A.; et al. Evaluation of a predictive model for implant surface topography effects on early osseointegration in the rat tibia model. **Journal of Prosthetic Dentistry**, v.85, n.1, p.40-46, 2001.
- 6 CONFORTO, E., et al. Rough surfaces of titanium and titanium alloys for implants and prostheses. **Materials Science and Engineering C**, v.24, n.5, p.611-618, 2004.
- 7 LAUSMAA, J. Surface spectroscopic characterization of titanium implants materials. **Journal of electron Spectroscopy and Related Phenomena**, v.18, p. 343-361, 1996.
- 8 KASEMO, B.; LAUSMAA, J. Biomateriais e interfaces. In: NAERT, I.; STEENBERGHE, D.; WORTHINGTON, P. **Osseointegração na reabilitação bucal**. São Paulo: Quintessence, 1998. p. 63-75.
- 9 BRACERAS, I., et al. Bone cell adhesion on ion implanted titanium alloys. **Surface & Coatings Technology**, v.1996, p. 321-6, 2005.
- 10 ANSELME, K.; BIGERELLE, M. Topography effects of pure titanium substrates on human osteoblast long-term adhesion. **Acta Biomaterialia**, v.1, n.2, p.211-222, 2005.
- 11 DELIGIANNI, D.D., et al. Effect of surface roughness of the titanium alloy Ti-6Al-4V on human bone marrow cell response and on protein adsorptions. **Biomaterials**, v.22, p. 1241-1251, 2001.

- 12 COOPER, L.F.; et al. Fluoride modification effects on osteoblast behavior and bone formation at TiO₂ grit-blasted c.p. titanium endosseous implants. **Biomaterials**, v.27, n.6, p.926-936, 2006.
- 13 GIL, F.J., et al. The effect of shot blasting and heat treatment on the fatigue behavior of titanium for dental implant applications. **Dental Materials**, *In Press, Corrected Proof*, 2006.
- 14 GERMANIER, Y.; et al. Enhanced bone apposition around biofunctionalized sandblasted and acid-etched titanium implant surfaces. A histomorphometric study in miniature pigs. **Clinical Oral Implants Research**, v.17, n.3, p.251-257, 2006.
- 15 CHO, S.A.; JUNG, S.K. A removal torque of the laser-treated titanium implants in rabbit tibia. **Biomaterials**, v.24, n.26, p.4859-4863, 2003.
- 16 BRACERAS, I., et al. Improved osseointegration in ion implantation-treated dental implants. **Surface & Coatings Technology**, v.158-159, p. 28-32, 2002.
- 17 FINI, M.; et al. Biomechanical and histomorphometric investigations on two morphologically differing titanium surfaces with and without fluorhydroxyapatite coating: an experimental study in sheep tibiae. **Biomaterials**, v.24, n.19, p.3183-3192, 2003.
- 18 LARSSON, C., et al. Bone response to surface-modified titanium implants: studies on the early tissue response to machined and electropolished implants with different oxide thicknesses. **Biomaterials**, v.17, p.605-616, 1996.
- 19 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO 5832-2: implantes para cirurgia – materiais metálicos parte 2: titânio puro. Rio de Janeiro, 2001. 3 f.
- 20 FRANCHI, M.; et al. Early detachment of titanium particles from various different surfaces of endosseous dental implants. **Biomaterials**, v.25, n.12, p.2239-2246, 2004.
- 21 CONFORTO, E., et al. Rough surfaces of titanium and titanium alloys for implants and prostheses. **Materials Science and Engineering C**, v.24, p.611-8, 2004.
- 22 CITEAU, A.; et al. In vitro biological effects of titanium rough surface obtained by calcium phosphate grid blasting. **Biomaterials**, v.26, n.2, p.157-165, 2005.
- 23 CHO, S.A.; PARK, K.T. The removal torque of titanium screw inserted in rabbit tibia treated by dual acid etching. **Biomaterials**, v.24, n.20, p.3611-7, 2003.
- 24 BAN, S.; et al. Surface modification on titanium by etching in concentrated sulfuric acid. **Dental Materials**.
- 25 GIL, F.J., et al. Growth of bioactive surfaces on titanium and its alloys for orthopaedic and dental implants. **Materials Science and Engineering C**, v.22, p.53-60, 2003.
- 26 BYON, E.; et al. Electrochemical property and apatite formation of metal ion implanted titanium for medical implants. **Surface and Coatings Technology**, v.200, n.14, p.1018-1021, 2005.

- 27 LI, D.; et al. Effects of a modified sandblasting surface treatment on topographic and chemical properties of titanium surface. **Implant Dentistry**, v.10, n.1, p.59-64, 2001.
- 28 LIU, X.; CHU, P.K.; DING, C. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. **Materials Science and Engineering: R: Reports**, v.27, n.3-4, p.49-121, 2004.
- 29 GUÉHENNEC, L. L.; et al. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. **Dental Materials**, v.23, n.7, p.844-854, 2006.
- 30 MÜLLER, M., et al. Bone-implant interface shear modulus and ultimate stress in a transcortical rabbit model of open-pore Ti6Al4V implants. **Journal of Biomechanics**, v.39, n.11, p.2123-2132, 2006.
- 31 RØNOLD, H.J; ELLINGSEN, J.E. The use of a coin shaped implant for direct in situ measurement of attachment strength for osseointegrating biomaterial surfaces. **Biomaterials**, v.23, n.10, p.2201-2209, 2002.
- 32 RØNOLD, H.J; LYNGSTADAAS, S.P; ELLINGSEN, J.E. Analysing the optimal value for titanium implant roughness in bone attachment using a tensile test. **Biomaterials**, v.24, n.22, p.4559-4564, 2003.
- 33 RØNOLD, H.J; ELLINGSEN, J.E. Effect of micro-roughness produced by TiO₂ blasting – tensile testing of bone attachment by using coin-shaped implants. **Biomaterials**, v.23, n.21, p.4211-4219, 2002.
- 34 BOBBIO, A. **A evolução do implantes**. In: SERSON, D. **Implantes orais: teoria e prática**. São Paulo. Artes médicas, 1985. p.3-15.
- 35 CESCHIN, J.R. **O implante na reabilitação bucal**. São Paulo: Pamed Editorial, 1984. p.21-56.
- 36 SPIEKERMANN, H. **Implantologia**. Porto Alegre, Artes médicas Sul, 2000, p.11-58.
- 37 ASM HANDBOOK. Materials Characterization. Ninth Edition: 10: 297-320; 323-426, 1992. In: BENTO, C.A.S. **Estudo da interface Ti-6Al-4V/TiO₂ por microscopia eletrônica de varredura**. 2000. 83 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.
- 38 SILVA, M.H.P. Apostila de Biomateriais. Disponível em: <http://mesonpi.cat.cbpf.br/e2006/posgraduacao/pdf_p3/ApostilaBiomateriais.pdf>. Acesso em: 14 jun. de 2007.
- 39 SCHROEDER, A.; SUTTER, F.; KREKELER, G. Implantologia Dental. Editorial Médica Panamericana, 1994. In: BENTO, C.A.S. **Estudo da interface Ti-6Al-4V/TiO₂ por microscopia eletrônica de varredura**. 2000. 83 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.
- 40 WORTHINGTON, P.; LANG, B.R.; LAVELLE, W.E. **Osseointegração na Odontologia: uma Introdução**. São Paulo: Quintessence, 1996.
- 41 LEMONS, J.E.; MISCH, F.D. Biomateriais utilizados em implantes dentários. In: MISCH, C.E. **Implantes dentários contemporâneos**. São Paulo: Santos, 2000. p.271-277.

- 42 LONG, M.; RACK, H. J. Titanium alloys in total joint replacement — a materials science perspective. **Biomaterials**, v.19, n.18, p.1621-1639, 1998.
- 43 SMITH, W.F. **Structure and properties of engineering alloys**. Nova Iorque, McGraw-Hill, 2 ed, 1993. p.433-484.
- 44 FERNÁNDEZ, E.; et al. Materials in dental implantology. In: NATALI, A.N. **Dental Biomechanics**. Londres: Taylor & Francis, 2003. p.69-87.
- 45 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO 5832-2: Implantes para cirurgia – Materiais metálicos. Parte 2: Titânio puro. Rio de Janeiro, 2001. 3 f.
- 46 American Society for Testing and Material. F 67 – 00: Standard Specification of unalloyed Titanium, for surgical applications. West Conshohocken, 2000. 4 f.
- 47 TALBOT, D. **Corrosion Science and Technology**. Boca Raton: CRC Press, 1998.
- 48 TEIXEIRA, E.R. Superfícies dos implantes – o estágio atual. In: DINATO, J. C. **Implantes osseointegrados: cirurgia e prótese**. São Paulo: Artes Médicas, 2004. p.63-80.
- 49 NATALI, A.N. et al. **Dental Biomechanics**. Londres: Taylor & Francis, 2003, p.1-4.
- 50 RESENDE, L.C.N. **Interação biológica: implante – tecido ósseo**. São Paulo: Almed, 1994. p.43-56.
- 51 ROBERTS, W.E.; GARETTO, L.P. Fisiologia e metabolismo ósseos. In: MISCH, C.E. **Implantes dentários contemporâneos**. São Paulo: Santos, 2000. p.225-237.
- 52 HOBO, S.; ICHIDA, E.; GARCIA, L.T. **Osseointegration and occlusal rehabilitation**. 3. ed. Osaka: Quintessence Books, 1991. p.33-42.
- 53 BRÅNEMARK. P.I **The Brånemark novum protocol for same day teeth: a global perspective**. Berlim: Quintessence Books, 2001. p.9-15.
- 54 PARK, J.Y., et al. Red blood cell and platelet interactions with titanium implant surfaces. **Clinical Oral Implants Research**, v.11, n.6, p.530-539, 2000.
- 55 ROSA, A.L.; BELOTI, M.M. Effect of cp Ti surface roughness on human bone narrow cell attachment, proliferation, and differentiation. **Brazilian Dental Journal**, v.14, n.1, p.16-21, 2003.
- 56 WENNERBERG, A. et al. Experimental study of turner and grit-blasted scew-shaped implants with especial emphasis on effects of blasting material and surface topography. **Biomaterials**, v.17, n.1, p.15-22, 1996.
- 57 LOPES, C.D.; JÚNIOR, B.K. Histological findings of bone remodeling around smooth dental titanium implants inserted in rabbit's tibias. **Annals of Anatomy**, v.184, p.359-362, 2002.
- 58 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Projeto 26:070.01–008/1: Passivação de titânio e de ligas de titânio por revestimento eletrolítico. Parte 1: Tratamento em solução alcalina - Solução com pH 13 ou maior. Rio de Janeiro, 2006. 4 f.

- 59 PUIPPE, J.C. Surface treatments of titanium implants. **European Cell and Materials**, v.5, n.1, p.32-33, 2003.
- 60 BRUNDLE, C.R.; EVANS JR., C.A.; WILSON, S. **Encyclopedia of Materials Characterization**. Stoneham: Butterworth-Heinemann, 1992.
- 61 American Society for Testing and Material. F 746 – 87: Standard Test Method for Pitting or Crevice Corrosion of Mettalic Surgical Implant Materials. West Conshohocken, 1987. 6 f.
- 62 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO 6892: Materiais metálicos – ensaio de tração à temperatura ambiente. Rio de Janeiro, 2002. 34 f.
- 63 American Society for Testing and Material. C 633 – 01: Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings. West Conshohocken, 2001. 7 f.
- 64 LU, X.; et al. comparative study of osteocunduction on micromachined and alkali-treated titanium alloy surfaces in vitro and in vivo. **Biomaterials**, v.26, n.14, p.1793-1801.
- 65 JOHANSSON, C.B. et al. A quantitative comparison of machined commercially pure titanium and titanium-aluminium-vanadium implants in rabbit bone. *Journal of Oral & Maxillofacial Implants*, v.13, p.315-321. In: MÜLLER, M., et al. Bone-implant interface shear modulus and ultimate stress in a transcortical rabbit model of open-pore Ti6Al4V implants. **Journal of Biomechanics**, v.39, n.11, p.2123-2132, 2006.

ANEXO A

NORMAS PARA PRÁTICA DIDÁTICO-CIENTÍFICA DA VIVISSECÇÃO DE ANIMAIS

Lei 6638, de 08 de maio de 1979.

Art. 1º - Fica permitida, em todo o território nacional, a vivissecção de animais, nos termos desta Lei.

Art. 2º - Os biotérios e os centros de experiências e demonstrações com animais vivos deverão ser registrados em órgão competente e por ele autorizados a funcionar.

Art. 3º - A vivissecção não será permitida:

- I - sem o emprego de anestesia; II - em centros de pesquisas e estudos não registrados em órgão competente;
- III - sem supervisão de técnico especializado;
- IV - com animais que não tenham permanecido mais de 15 (quinze) dias em biotérios legalmente autorizados;
- V - em estabelecimento de ensino de 1o. e 2o grau e em quaisquer locais freqüentados por menores de idade.

Art. 4º - O animal só poderá ser submetido às intervenções recomendadas nos protocolos das experiências que constituem a pesquisa ou os programas de aprendizagem cirúrgico, quando, durante ou após a vivissecção, receber cuidados especiais.

§ 1º - Quando houver indicação, o animal poderá ser sacrificado sob estrita obediência às prescrições científicas;

§ 2º - Caso não sejam sacrificados, os animais utilizados em experiências ou demonstrações somente poderão sair do biotério 30 (trinta) dias após a intervenção, desde que destinados a pessoas ou entidades idôneas que por eles queiram responsabilizar-se.

Art. 5º - Os infratores desta Lei estarão sujeitos:

- I - às penalidades cominadas no artigo 64, caput, do Decreto-lei 3.688, de 03/10/41, no caso de ser a primeira infração;

II - à interdição e cancelamento do registro do biotério ou do centro de pesquisas, no caso de reincidência.

Art. 6º - O Poder Executivo, no prazo de 90 (noventa) dias, regulamentará a presente Lei, especificando:

I - o órgão competente para o registro e a expedição de autorização dos biotérios e centros de experiências e demonstrações com animais vivos;

II - as condições gerais exigíveis para o registro e o funcionamento dos biotérios;

III - órgão e autoridades competentes para fiscalização dos biotérios e centros mencionados no inciso I.

Art. 7º - Esta Lei entra em vigor na data de sua publicação.

Art. 8º - Revogam-se as disposições em contrário.

ANEXO B

CARTA DE COM PARECER DE APROVAÇÃO DA PESQUISA PELO COMITÊ DE
ÉTICA EM PESQUISA DA PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO
GRANDE DO SUL.



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA

Ofício 120/08-CEP

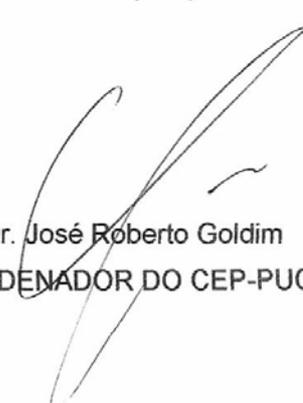
Porto Alegre, 25 de janeiro de 2008.

Senhor(a) Pesquisador(a)

O Comitê de Ética em Pesquisa da PUCRS apreciou e aprovou seu protocolo de pesquisa registro CEP 06/03548, intitulado: **"Projeto de pesquisa para a realização das dissertações de Mestrado de Alexandre Cunha e Renata Pedroli Renz vinculado ao programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais (PGETEMA) da PUCRS"**.

Relatórios parciais e final da pesquisa devem ser entregues a este CEP.

Atenciosamente,



Prof. Dr. José Roberto Goldim
COORDENADOR DO CEP-PUCRS

Ilmo(a) Sr(a)
Prof Roberto Hübler
N/Universidade

PUCRS

Campus Central
Av. Ipiranga, 6690 – 3º andar – CEP: 90610-000
Sala 314 – Fone Fax: (51) 3320-3345
E-mail: cep@pucrs.br
www.pucrs.br/prppg/cep

APÊNDICE A

RESUMO DE ARTIGO ENVIADO PARA CONGRESSO INTERNACIONAL –
COLAOB

AVALIAÇÃO DA OSSEOINTEGRAÇÃO DE PARAFUSOS ODONTOLÓGICOS IMPLANTADOS EM TÍBIAS DE COELHOS USANDO TESTES DE TORÇÃO E TRAÇÃO

Alexandre C¹, Renata R¹, Eduardo B¹, Roberto H¹, Rosilene A M², Roger L S²,
Rogério B O²

¹Grupo de Estudos de Propriedades de Superfícies e Interfaces, Faculdade de Física, Pontifícia
Universidade Católica do Rio Grande do Sul, GEPSI/FAFIS/PUCRS, Porto Alegre RS Brasil,
erdicunha@yahoo.com.br

²Faculdade de Odontologia, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre,
Brasil

Resumo. *A osseointegração é um dos fatores mais importantes em implantes ortopédicos e odontológicos. É ideal que todo material implantável apresente uma adequada osseointegração para que sua fixação seja satisfatória e possibilite o desenvolvimento adequado da função do implante. Normalmente, testes de torção e tração são usados para avaliar a força adesiva de biomateriais ao tecido ósseo em ensaios in vivo. Parafusos odontológicos de titânio foram implantados em seis tíbias de coelhos, cada uma com um parafuso. Após 60 dias as amostras (tíbia – parafuso) foram removidas cirurgicamente para a realização dos testes de torção e tração. O objetivo deste trabalho é avaliar a osseointegração dos parafusos odontológicos implantados através de testes instrumentados de tração conforme a norma ASTM C 633, comparando os resultados com os testes usuais de torção. Os testes de torção e tração foram aplicados na direção de inclusão dos parafusos, baseados nas imagens radiográficas das tíbias. Os resultados obtidos mostraram que os testes instrumentados de tração apresentam vantagens significativas em relação aos testes de torção, exibindo o mesmo resultado qualitativo, mas com um erro de medida muito menor, que provavelmente está associado à reprodutibilidade do ensaio padronizado.*

Palavras-Chave: Osseointegração, Implantes odontológicos, Testes de torção e tração

APÊNDICE B

RESUMOS EXTENDIDOS ENVIADOS PARA ENCONTRO NACIONAL DE
ENGENHARIA BIOMECÂNICA – ENEBI

Uma Nova Metodologia para a Avaliação da Osseointegração de Implantes Ortopédicos e Odontológicos

Renata Pedrolli Renz, GEPSI - Grupo de Estudos de Propriedades de Superfícies e Interfaces, FAFIS/PUCRS – Faculdade de Física da PUCRS, e-mail: renatarenz@gmail.com, homepage: [http:// www.pucrs.br/gepsi](http://www.pucrs.br/gepsi)

Alexandre Cunha, GEPSI - FAFIS/PUCRS, e-mail: erdicunha@yahoo.com.br

Dr. Eduardo Blando, GEPSI - FAFIS/PUCRS, e-mail: eblando@pucrs.br

Dr. Roberto Hübler, GEPSI - FAFIS/PUCRS, e-mail: hubler@pucrs.br

Introdução

A osseointegração caracteriza-se pelo crescimento de tecido ósseo e seu ancoramento sobre a superfície do material implantado, Figura 1b. O crescimento ósseo sobre a superfície de um biomaterial atua de maneira decisiva na fixação e consolidação da interface osso/implante, permitindo que este substitua adequadamente o tecido debilitado. Por isso testes que permitam avaliar de forma precisa e confiável o processo de osseointegração são fundamentais. Atualmente, testes mecânicos de torque de remoção e contra torque são amplamente aplicados na implantodontia para a avaliação da osseointegração de implantes, sendo considerados como padrão de avaliação (^aRønold, 2002; ^bRønold, 2002). Na prática, foi observado que esta metodologia pode apresentar certos erros e imprecisão de resultados, uma vez que estes testes são aplicados manualmente com a utilização de torquímetros digitais, estando susceptíveis a erros do operador, como angulação do aparelho, por exemplo (Rønold, 2003; Cunha, 2006).

Este trabalho propõe uma nova metodologia para a avaliação da osseointegração de implantes através da aplicação de testes mecânicos de *pull out*, realizados por um equipamento universal de tração automatizado e fundamentado de acordo com a norma ASTM C633, o que possibilita obter resultados mais precisos e confiáveis. Através das curvas de tensão x deformação também é possível obter diversas propriedades adesivas das superfícies em contato, ampliando as informações sobre o sistema em estudo.

Metodologia Proposta

Preparação dos implantes

Foram preparados discos de Ti de alta pureza (ASTM grau 4), com 6 mm de diâmetro e 4 mm de espessura, com uma

rosca central M3 para permitir a tração dos mesmos, como mostrado na Figura 2.

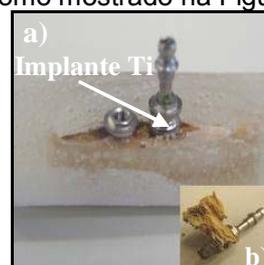


Figura 1: a) Osso com implante de Ti embutido em resina acrílica e b) implante osseointegrado [Cunha, 2006].



Figura 2: Implantes de Ti ASTM grau 4 do tipo disco.

Os discos foram modificados superficialmente e divididos em grupos de acordo com os tratamentos descritos na Tabela 1; sendo, posteriormente, esterilizados e implantados em modelo animal.

Tabela 1: Tratamentos superficiais aplicados nos implantes.

Grupos	Tratamentos Superficiais
A	Usinado [Controle]
B	Ataque ácido
C	Jato de Al ₂ O ₃ 120 μm + Ataque ácido
D	Jato de TiO ₂ 100 μm + Ataque ácido
E	Jato de TiO ₂ 150 μm + Ataque ácido
F	Escovamento
G	Escovamento + Ataque ácido

Modelo Animal – Estudos *in vivo*

Como modelo animal é proposta a utilização de ovinos adultos e clinicamente sadios, devido a maior quantidade de massa óssea e metabolismo similar ao do ser humano. As ovelhas foram submetidas a exames de ecto e endoparasitas antes da seleção da amostragem, com o intuito de excluir

qualquer animal que apresentasse possíveis infestações. Os ovinos foram criados pelo método *Ran Rotacional* de criação heterogênea e mantidos em condições de biotério convencional durante o período da pesquisa.

Procedimento Cirúrgico e Eutanásia

O procedimento cirúrgico foi realizado obedecendo a seguinte seqüência de operação, que é mostrada na Figura 3: **I** – Sedação através de inalação de éter sulfúrico, seguida da indução anestésica por Zoletil®; **II** – Exposição e anti-sepsia do campo a ser operado, com a utilização de iodo alcoólico 2 %; **III** – Isolamento da área a ser operada; **IV** – Tricotomia da região; **V** – Afastamento dos tecidos moles; **VI** – Exposição da cortical óssea; **VII** – Adaptação do *template* para a marcação dos locais de inserção dos implantes; **VIII** – inserção dos implantes; **IX** – Reposicionamento do perióstio e tecidos moles; **X** – Sutura da ferida operatória por pontos simples, utilizando fio agulhado de *nylon 2.0*.

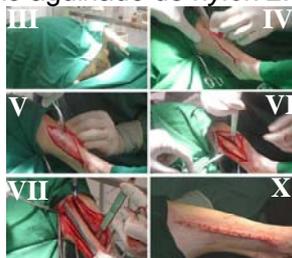


Figura 3: Procedimento cirúrgico mostrando as etapas III, IV, V, VI, VII e X.

Após o procedimento cirúrgico, os animais foram mantidos vivos por um período de 30 dias, para a ocorrência do processo de osseointegração. A eutanásia para a retirada das amostras foi realizada através da injeção letal de tiopental sódico via endovenosa. Após a remoção, o conjunto osso/implante foi mantido em glutaraldeído 2 % até a realização das análises.

Preparação das amostras para o teste de *pull out*

Uma vez retirados do glutaraldeído e limpos em água deionizada corrente, o conjunto foi embutido em resina acrílica de co-polímero de metil metacrilato, para adaptação da garra inferior do equipamento de tração. Para garantir uma fixação adequada da garra superior do equipamento e aplicação do teste, foi necessário adaptar um parafuso sobre a rosca do implante com auxílio de um agente colante, como visto na Figura 1a.

Aplicação e análise dos testes de *pull out* para a avaliação da osseointegração

Todos os parâmetros de ensaio foram ajustados de acordo com as indicações da norma ASTM C633, até a ruptura do conjunto osso/implante. Como resultado do ensaio obteve-se uma curva de tensão x deformação, similar a Figura 4, onde se associa a força máxima de ruptura com a força de adesão osso/implante.



Figura 4: Curva tensão x deformação obtida no teste de *pull out*.

Resultados

Foi possível observar que o teste de *pull out* garante, de forma mais precisa, a distinção de pequenas alterações superficiais na preparação dos implantes que resultaram em diferentes processos de osseointegração. Também foi possível observar o comportamento elasto-plástico do tecido ósseo novo que pode ser associado com a qualidade do tecido neoformado, o qual era impossível de ser observado nos testes de torque.

Referências bibliográficas

- ASTM C633. Recomendação técnica. Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings, 2001.
- Cunha, A.; et al. Avaliação da osseointegração de parafusos odontológicos implantados em tíbias de coelhos usando testes de torque e *pull out*. COLAOB, 2006.
- ^aRønold, H. J.; Ellingsen, J. E., The use of a coin shaped implant for direct in situ measurement of attachment strength for osseointegrating biomaterial surfaces. *Biomaterials*, v.23, p.2201–2209, 2002.
- ^bRønold, H. J.; Ellingsen, J. E., Effect of micro-roughness produced by TiO₂ blasting - tensile testing of bone attachment by using coin-shaped implants. *Biomaterials*, v.23, p.4211–4219, 2002.
- Rønold, H.J.; Lyngstadaas, S.P.; Ellingsen, J.E. Analysing the optimal value for titanium implant roughness in bone attachment using a tensile test. *Biomaterials*, v.24, p.4559-4564, 2003.

Avaliação da Força Adesiva de Revestimentos Porosos de Ti Depositados sobre Discos de Ti ASTM Grau 4 Modificados Superficialmente

Alexandre Cunha, GEPSI - Grupo de Estudos de Propriedades de Superfícies e Interfaces, FAFIS/PUCRS – Faculdade de Física da PUCRS, e-mail: erdicunha@yahoo.com.br, home-page: <http://www.pucrs.br/gepsi>

Renata Pedrolli Renz, GEPSI-FAFIS/PUCRS, e-mail: renatarenz@gmail.com

Dr. Eduardo Blando, GEPSI-FAFIS/PUCRS, e-mail: eblando@pucrs.br

Dr. Roberto Hübler, GEPSI-FAFIS/PUCRS, e-mail: hubler@pucrs.br

Introdução

Ao longo do tempo, inúmeros modelos de próteses de quadril foram projetados e produzidos, principalmente devido aos inúmeros casos de doenças degenerativas da cabeça do fêmur ou acidentes envolvendo esta região e também pela dificuldade de obter um implante que apresente uma fixação ideal ao osso. Basicamente, é possível classificar as diferentes próteses ortopédicas em dois grandes grupos: cimentadas e não cimentadas. As próteses cimentadas necessitam da inserção conjunta de cimento ortopédico (PMMA) para a fixação da prótese ao osso. Os implantes não cimentados recebem uma texturização na região de fixação óssea, podendo ser feita através de processos mecânicos, químicos ou pela deposição de uma camada porosa, visando eliminar o uso de cimento ortopédico [Zao, Liu; 2006]. Com o advento da deposição de revestimentos porosos, através das técnicas de aspersão térmica, o crescimento ósseo para o interior dos poros possibilita um ancoramento e fixação do tecido ao implante [Chu, Chen; 2002]. A desvantagem desta técnica em relação a outras, refere-se à obtenção de uma baixa força de adesão do revestimento ao implante. Uma forma de resolver este problema é a modificação superficial dos implantes anteriormente a deposição da camada porosa, objetivando o aumento da força adesiva na interface revestimento/implante [a,b]Rønold, Ellingsen; 2002]. O objetivo deste trabalho é aplicar diferentes tratamentos superficiais em discos de Ti, anteriormente a deposição da camada porosa de Ti, analisando posteriormente a força adesiva do revestimento, de acordo com a norma ASTM C633 - *Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings*.

Materiais e Métodos

Preparação dos implantes

Foram produzidos 24 discos de Ti ASTM grau 4, com 6 mm de diâmetro, 4 mm de espessura e uma rosca central M3, conforme a Figura 1.



Figura 1 Implantes de Ti ASTM grau 4 do tipo disco.

Posteriormente, os discos foram limpos em banho de ultra-som com acetona P.A. durante 10 minutos, para a aplicação dos diferentes tratamentos superficiais.

Tratamentos superficiais dos implantes

Os discos foram modificados superficialmente, e separados em diferentes grupos, de acordo Tabela 1.

Tabela 1: Distribuição dos grupos de acordo com o tratamento superficial aplicado.

Grupos	Tratamento Superficial
A	Usinado [Grupo Controle]
B	Ataque ácido
C	Jato Al ₂ O ₃ 120 μm + Ataque ácido
D	Jato TiO ₂ 100 μm + Ataque ácido
E	Jato TiO ₂ 150 μm + Ataque ácido
F	Escovados

Deposição do revestimento poroso

Após os tratamentos superficiais aplicados, os discos foram fixados a uma placa de Alumínio, como mostra a Figura 2, e submetidos à deposição do revestimento

poroso de Ti, através da técnica de *plasma spraying*, utilizando o mesmo processo aplicado por uma empresa nacional, em implantes de quadril.



Figura 2: Placa de Alumínio com os implantes após a deposição do revestimento poroso.

Microscopia Eletrônica de Varredura

As análises estereográficas dos revestimentos permitiram avaliar a espessura média, percentual de porosidade, tamanho médio dos poros e percentual de volume vazio, de acordo com a norma ASTM F 1854, exigida pela ANVISA e FDA. As medidas foram feitas a partir de micrografias de superfície e corte transversal dos implantes, obtidas em um equipamento da marca Philips, modelo XL 30.

Aplicação do Teste de Pull Out

A avaliação da força adesiva na interface revestimento/implante, de acordo com a norma ASTM C633, foi realizada em um equipamento universal de tração da marca EMIC, modelo DL 2000. Após a aplicação do teste, foi calculada a força máxima por unidade de área dos discos, necessária para a completa remoção do filme poroso, juntamente com a obtenção de uma curva tensão x deformação, como mostra a Figura 3.

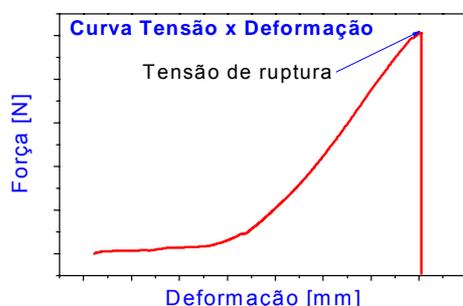


Figura 3: Curva tensão – deformação típica de um teste de tração.

Resultados

Foi possível observar uma melhora na adesão dos revestimentos porosos nos implantes tratados superficialmente em relação ao grupo controle, sem afetar

significativamente as propriedades estereográficas dos revestimentos.

Foi observado que as alterações ficaram limitadas à região da interface filme-metal base, preservando a qualidade da superfície disponível para o crescimento ósseo.

Referências Bibliográficas

ASTM C633. Recomendação técnica. *Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings*, 2001.

ASTM F1854. Recomendação técnica. *Standard Test Method for Stereological Evaluation of Porous Coatings on Medical Implants*, 2001.

Chu, P.K.; Chen, J.Y., *Plasma-surface modification of biomaterials. Materials Science and Engineering*, V.36, p. 143-206, 2002.

^aRønold, H. J.; Ellingsen, J. E., *The use of a coin shaped implant for direct in situ measurement of attachment strength for osseointegrating biomaterial surfaces. Biomaterials*, v.23, n.10, p.2201–2209, 2002.

^bRønold, H. J.; Ellingsen, J. E, *Effect of micro-roughness produced by TiO₂ blasting—tensile testing of bone attachment by using coin-shaped implants. Biomaterials*, v.23, n.22, p.4211–4219, 2002.

Rønold, H. J.; Ellingsen ; Lyngstadaas, S.P; Ellingsen, J.E. *Analysing the optimal value for titanium implant roughness in bone attachment using a tensile test. Biomaterials*, v.24, n.25, p.4559-4564, 2003.

Zao, X.; Liu, X., *In vitro bioactivity of plasma-sprayed TiO₂ coating after sodium hydroxide treatment. Surface & Coatings Technology*, V.200, p. 5487-5492, 2006.

Avaliação do Comportamento Corrosivo de Discos de Titânio Submetidos a Diferentes Tratamentos Superficiais

Dr. Roberto Hübler, GEPSI - Grupo de Estudos de Propriedades de Superfícies e Interfaces, FAFIS/PUCRS – Faculdade de Física da PUCRS, e-mail: hubler@pucrs.br, homepage: <http://www.pucrs.br/gepsi>

Renata Pedrolli Renz, GEPSI - FAFIS/PUCRS, e-mail: renatarenz@gmail.com

Alexandre Cunha, GEPSI - FAFIS/PUCRS, e-mail: erdicunha@yahoo.com.br

Saulo Davila Jacobsen, GEPSI - FAFIS/PUCRS, e-mail: saulo_jacobsen@hotmail.com

Dr. Eduardo Blando, GEPSI - FAFIS/PUCRS, e-mail: eblando@pucrs.br

Introdução

O titânio e suas ligas são largamente aplicados como materiais para implantes ortopédicos e odontológicos, devido ao baixo módulo de elasticidade, boa resistência à corrosão e excelente biocompatibilidade [Jiang, Wang; 2006]. Em contato com o organismo biológico, implantes de Ti estão sujeitos à interação com meios corrosivos, H_2O_2 , sangue, fluido ósseo, entre outros. Em casos de infecções, o meio em que se encontra o implante torna-se ainda mais ácido, diminuindo o seu pH, aumentando a probabilidade de corrosão. Diferentes processos de acabamento superficial podem induzir alterações nas propriedades físicas e químicas dos implantes e são geralmente utilizados para melhorar o processo de osseointegração nos mesmos [Reclaru, Lerr; 2003]. Porém, estas alterações superficiais podem tornar o implante mais susceptível ao ataque corrosivo no corpo humano podendo gerar sua falência prematura. Devido a este fato, é importante que o material implantado apresente uma boa resistência a corrosão, visando à garantia do longo tempo de vida do implante, sem liberação iônica excessiva no organismo [Aparício, Gil; 2003].

O objetivo deste trabalho é avaliar o comportamento corrosivo de implantes de Ti de alta pureza (ASTM Grau 4), segundo a norma ASTM F746-Standard Method for Pitting or Crevice Corrosion of Metallic Surgical Implant Materials, modificados superficialmente, procurando identificar o tratamento superficial mais eficaz em relação à resistência a corrosão.

Materiais e Métodos

Preparação dos implantes

Foram fabricados 21 discos de Ti ASTM grau 4, com um total de 6 mm de diâmetro e 4 mm de espessura, conforme mostrado na Figura 1. A limpeza dos implantes foi realizada em

água deionizada corrente e posteriormente em acetona P.A. com banho de ultra-som durante 10 minutos.



Figura 1: Discos de Ti ASTM grau 4 submetidos a diferentes modificações superficiais.

Tratamentos Superficiais

Para avaliar a influência do tratamento superficial no desgaste corrosivo, a superfície dos implantes foi modificada por jateamento com partículas de Al_2O_3 de 120 μm e TiO_2 com 100 μm e 150 μm , ataque ácido e escovamento. Os discos foram separados em sete grupos, como mostrado na Tabela 1.

Tabela 1: Tratamentos superficiais aplicados nos implantes.

Grupos	Tratamentos Superficiais
A	Usinado [Controle]
B	Ataque ácido
C	Jato de Al_2O_3 120 μm + Ataque ácido
D	Jato de TiO_2 100 μm + Ataque ácido
E	Jato de TiO_2 150 μm + Ataque ácido
F	Escovamento
G	Escovamento + Ataque ácido

Rugosidade Superficial

Para avaliar a topografia superficial dos implantes modificados, foram utilizados cálculos de rugosidade a partir de análises de microscopia eletrônica de varredura, tanto superficial como em secção transversal,

feitas em um equipamento Philips modelo XL-30.

Teste de resistência à corrosão

Para avaliar a resistência à corrosão dos implantes em meio fisiológico, foram realizados testes segundo a norma ASTM F746, onde os implantes são imersos em um eletrólito de solução salina (NaCl 0,9%) a 37^o C conforme recomendações da ANVISA e FDA. As análises de corrosão foram realizadas em um equipamento AUTOLAB modelo PGSTAT302, através da técnica de voltametria.

Resultados

Foi observado que os implantes submetidos a diferentes tratamentos superficiais apresentaram uma topografia bastante variada, como pode ser visto na Figura 2.

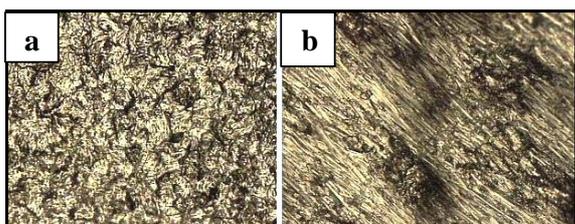


Figura 2: Microscopia óptica com magnificação de 500 X dos discos de Ti ASTM grau 4 modificados por: a) ataque ácido e b) escovamento.

De acordo com as microscopias ópticas realizadas anteriormente as microscopias eletrônicas de varredura, o ataque ácido possibilitou a revelação dos grãos dos átomos de titânio, produzindo certas regiões rugosas em relação aos implantes do grupo controle. Com o escovamento obteve-se a formação de ranhuras, sulcos bem profundos e paralelos, responsáveis pelo significativo aumento da rugosidade superficial em relação aos implantes atacados com ácido.

Mesmo com a variação na rugosidade dos implantes, não ocorreu uma alteração significativa no comportamento corrosivo dos mesmos, que ficaram dentro dos limites estabelecidos pela norma ASTM F746. A amostra apenas escovada, sem a imersão em ácido, apresentou a menor resistência à corrosão, indicando que a passivação das superfícies é de fundamental importância para aplicações práticas.

Discussões Finais

Todos os tratamentos aplicados produziram alterações significativas na rugosidade superficial dos implantes, porém sem comprometer o desempenho frente à corrosão. Foi observada uma relação direta entre a rugosidade e os valores de corrente de dissolução de titânio no eletrólito, provavelmente devido ao aumento de área exposta ao eletrólito.

Referências bibliográficas

Aparício, C.; Gil, F. J.; et al, *Corrosion behaviour of commercially pure titanium shot blasted with different materials and sizes of shot particles for dental implant applications*. *Biomaterials*, V. 24, p. 263-273, 2003.

ASTM F 746-87. Recomendação técnica. *Standard Test Method for Pitting or Crevice Corrosion of Metallic Surgical Implant Materials*, 1987 (reaprovada em 1999).

Jiang, X. P.; Wang, X. Y.; et al, *Enhancement of fatigue and corrosion properties of pure Ti by sandblasting*. *Materials Science & Engineering A*, V. 429, p. 30-35, 2006.

Reclaru, L.; Lurf, R.; et al, *Evaluation of corrosion on plasma sprayed and anodized titanium implants, both with and without bone cement*. *Biomaterials*, V. 24, p. 3027-3038, 2003.