

**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO**  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**  
**Escola de Engenharia**  
**Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de**  
**Materiais-PPGEM**

**PROTÓTIPOS DE IMPLANTES DENTÁRIOS A BASE DE TITÂNIO OBTIDOS**  
**PELO PROCESSO DE MOLDAGEM POR INJEÇÃO DE**  
**PÓS METÁLICOS : ESTUDO *in vivo***

**ANDREA SCHAEFFER**

**Dissertação para obtenção título de Mestre em Engenharia**

**Porto Alegre**

**2007**

**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO**  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**  
**Escola de Engenharia**  
**Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de**  
**Materiais-PPGEM**

**PROTÓTIPOS DE IMPLANTES DENTÁRIOS A BASE DE TITÂNIO OBTIDOS**  
**PELO PROCESSO DE MOLDAGEM POR INJEÇÃO DE**  
**PÓS METÁLICOS : ESTUDO *in vivo***

**ANDREA SCHAEFFER**

Trabalho realizado no Departamento de Metalurgia da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais - PPGEM, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Processos de Fabricação

**Porto Alegre**

**2007**

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração em Processos de Fabricação e aprovada em sua forma final, pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Lirio Schaeffer

Co-orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Dalva Maria Pereira Padilha

Banca Examinadora:

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Susana Maria Werner Samuel

Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann

Prof. Dr. Luís Frederico Pinheiro Dick

Prof. Dr. Antonio Cezar Faria Vilela

Coordenador do PPGEM

Dedico esta obra à minha família:

Ao meu pai, Lirio, minha referência de vida, pela orientação e incentivo para  
continuar lutando pelos meus objetivos,

À minha mãe, Eliane, linda e exuberante mulher, sempre presente ao longo da  
nossa vida,

Aos meus irmãos, Bernardo e Guilherme, orgulhos da minha vida,

Ao meu noivo, Alexandre, pela paciência e grande ajuda prestada desde sempre.

Exemplo de companheirismo e respeito.

## Agradecimentos

Ao orientador, *Prof. Dr. Lirio Schaeffer*, criador e incentivador, fazendo-me compreender que tudo isso é a favor de uma causa.

À co-orientadora *Profa. Dra. Dalva Maria Pereira Padilha*, exímia e incansável pesquisadora, sempre disposta para novos desafios, responsável pela orientação na fase experimental desta obra, correções e sugestões.

Ao *Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann*, pela grande atenção prestada e por ter disponibilizado o Laboratório de Cerâmica (LACER) e toda sua equipe.

Ao *Hugo Alves*, sempre presente, pela amizade, companheirismo e ajuda prestada no decorrer do trabalho.

À *Mônica Andrade*, pela participação e interesse nos trabalhos realizados durante as disciplinas do mestrado e ao longo da dissertação.

Ao *Márcio Lima* e *Antônio Takimi*, que muitas vezes me ajudaram com os equipamentos do LACER,

A *Juliane Vicenzi*, pelas aulas particulares de Ciência dos Materiais antes das provas.

À *Beatriz Ferraz* e *Ana Paula Freitas* do PPGEM sempre resolvendo os problemas burocráticos na pós-graduação.

A *Noêmia Maroniene*, pelo apoio em todos os momentos, transmitindo serenidade e bom senso para atingir meus objetivos sempre com muita legitimidade.

A toda equipe do Centro de Tecnologia (CT) e Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM) que de uma forma ou outra ajudaram a realizar este trabalho.

Ao *Fábio Lora* pela produção e processamento dos parafusos em pó, ensaios, análises químicas e metalográficas.

Ao *Gustavo de Almeida Mundstock*, pelas fotos realizadas para esta dissertação.

Ao Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da UFRGS pela realização das imagens ao microscópio eletrônico de varredura.

À *Ana Carolina Corso* pela ajuda prestada durante etapa cirúrgica.

Aos meus sogros *Rudi e Asta Futterleib*, por terem cedido muitas vezes seu local de lazer em Tapes, para que eu pudesse escrever a dissertação ao som dos pássaros à beira da Lagoa dos Patos.

Aos meus pacientes sempre pacientes...

Enfim, a todos que colaboraram direta ou indiretamente na elaboração deste trabalho, o meu reconhecimento.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	VIII
LISTA DE TABELAS .....	XII
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS .....	XIII
RESUMO.....	XVI
ABSTRACT.....	XVII
1 INTRODUÇÃO .....	1
2 REVISÃO DA LITERATURA .....	3
2.1 BIOMATERIAL / BIOCMPATIBILIDADE.....	3
2.2 TITÂNIO COMO BIOMATERIAL .....	4
2.3 CARACTERÍSTICAS METALÚRGICAS DO TITÂNIO.....	4
2.3.1 Estrutura Cristalina do titânio .....	4
2.3.2 Propriedades do Titânio comercialmente puro (Ti cp).....	6
2.4 TECIDO ÓSSEO .....	12
2.4.1 Histórico da Osseointegração.....	13
2.4.2 Mecânica da Osseointegração .....	14
2.5 TOPOGRAFIA MODIFICADA DA SUPERFÍCIE DO Ti cp .....	16
2.6 METALURGIA DO PÓ .....	24
2.6.1 Processamento do titânio pela metalurgia do pó.....	24
2.6.2 Moldagem de pós metálicos por injeção (MPI).....	26
2.6.3 Extração dos aglutinantes .....	27
2.6.5 Sinterização .....	29
3 MATERIAIS E MÉTODOS .....	30
3.1 ETAPAS DA FABRICAÇÃO E ANÁLISE METALÚRGICA DOS PROTÓTIPOS POROSOS .....	30
3.1.1 Produção do pó de titânio pelo processo hidratação-dehidratação (HDH).. .....	31
3.1.2 Obtenção da carga de injeção ( <i>FEEDSTOCK</i> ) .....	32
3.1.3 Processo de injeção/ moldagem.....	33

3.1.4 Extração dos aglutinantes ( <i>DEBINDING</i> ) .....	36
3.1.5 Sinterização .....	37
3.1.6 Ensaio de microdureza .....	39
3.1.7 Cálculo da porosidade .....	39
3.1.8 Cálculo do tamanho médio dos poros .....	39
3.2 Produção dos protótipos usinados .....	40
3.3 Esterilização .....	40
3.4 ETAPAS DA FASE EXPERIMENTAL .....	41
3.4.1 Amostra .....	41
3.4.2 Cálculo da amostra .....	42
3.4.3 Técnica cirúrgica .....	42
3.4.4 Sacrifício dos animais e preparo das peças .....	47
3.4.5 Análise das peças .....	47
3.4.6 Análise estatística .....	49
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	50
4.1 PROTÓTIPOS OBTIDOS PELO PROCESSO MPI .....	50
4.2 ANÁLISE DO ENSAIO DE MICRODUREZA .....	51
4.3 RESULTADOS CLÍNICOS .....	53
4.4 ANÁLISE HISTOMORFOMÉTRICA .....	53
4.5 ANÁLISE DAS SUPERFÍCIES AO MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA .....	60
4.6 ANÁLISE DA POROSIDADE NAS PEÇAS .....	63
4.7 TAMANHO MÉDIO DOS POROS DA SUPERFÍCIE .....	64
5 CONCLUSÕES .....	67
6 PROPOSTAS PARA FUTUROS TRABALHOS .....	68
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	69
ANEXOS .....	76



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Formas cristalinas do titânio. ....	5
Figura 2 - Processos químicos que ocorrem na interface entre tecido ósseo e implante.....	11
Figura 3- Esquema do corte transversal da tíbia.....	12
Figura 4 – Esquema mostra as estruturas envolvidas no processo de osseointegração. ....	15
Figura 5 – Etapas do processo de sinterização.....	29
Figura 6 – Forno HDH de alto vácuo. ....	31
Figura 7 – Dimensões e geometria do protótipo de implante. ....	33
Figura 8 – Matriz utilizada para injeção do <i>feedstock</i> . ....	34
Figura 9 – Região do porta matriz onde se inseriu a matriz.....	34
Figura 10 - Injetora de alta pressão ARBURG® modelo ALLROUNDER 220S. ....	35
Figura 11 – Gráfico exibe a curva de extração térmica e sinterização .....	37
Figura 12 - Fluxograma esquemático do processo MPI. ....	38
Figura 13 – Esquema das dimensões mensuradas nos poros. ....	40

<b>Figura 14 - Tricotomia da região a ser operada.....</b>	<b>43</b>
<b>Figura 15 A - Incisão na tíbia direita. B - Exposição da tíbia.....</b>	<b>43</b>
<b>Figura 16 – Perfuração na região proximal da tíbia.....</b>	<b>44</b>
<b>Figura 17 – Sítio cirúrgico. ....</b>	<b>44</b>
<b>Figura 18 – Protótipo poroso implantado na tíbia direita. ....</b>	<b>45</b>
<b>Figura 19 – Protótipo usinado implantado na tíbia esquerda. ....</b>	<b>45</b>
<b>Figura 20 – Sutura e medicação pós-operatória antibiótica.....</b>	<b>46</b>
<b>Figura 21 – Esquema de um protótipo após a cirurgia.....</b>	<b>46</b>
<b>Figura 22 – Esquema de corte longitudinal do protótipo implantado. ....</b>	<b>48</b>
<b>Figura 23 - Esquema do protótipo implantado com fixação bicortical.....</b>	<b>48</b>
<b>Figura 24 – Seqüência dos protótipos: (a) peça verde, (b) peça marrom, (c) peça sinterizada e (d) peça usinada . ....</b>	<b>51</b>
<b>Figura 25 – Gráfico exibe o percentual de perda de massa em relação ao tempo durante a fase de extração química da peça. 51</b>	
<b>Figura 26 – Distribuição dos valores de microdureza mensurados nos protótipos a partir do centro do parafuso.....</b>	<b>52</b>
<b>Figura 27 – Gráfico exibe o percentual de osseointegração nos animais dos grupos de três e seis semanas .....</b>	<b>55</b>
<b>Figura 28 – Corte longitudinal do protótipo poroso após três semanas implantado (aumento de 35x). ....</b>	<b>57</b>

**Figura 29 – Corte longitudinal do protótipo poroso após seis semanas implantado A: Protótipo poroso, B: Osso neoformado na subcortical, C: Espaço medular, D: Osso cortical, E: Sulco preenchido por osso neoformado na região medular (aumento de 35x).. .....58**

**Figura 30 - Corte longitudinal do protótipo usinado após três semanas implantado (aumento de 35x).....58**

**Figura 31 – Corte longitudinal do protótipo usinado após seis semanas (aumento de 35x).....59**

**Figura 32 – A: Protótipo poroso (aumento de 25x). B: Superfície porosa (aumento de 250x).....60**

**Figura 33 – A: Protótipo usinado (aumento de 25x). B: Superfície usinada (aumento de 250x).....60**

**Figura 34 – Protótipo de implante com superfície porosa. Regiões A e B: Interfaces de contato do tecido ósseo neoformado com a superfície porosa. (aumento de 25x).....61**

**Figura 35 - Imagem ampliada da região A da figura 34. Zonas de interface entre osso e superfície porosa (aumento de 150x). .....61**

**Figura 36 – Corte longitudinal do protótipo usinado (aumento de 22x).....62**

**Figura 37 - Imagem ampliada da região B da figura 36, mostra interface entre tecido ósseo e superfície usinada (aumento de 150x). .....62**

**Figura 38 – A: Corte da região central do protótipo poroso. B: Corte da região periférica (aumento de 100x).....63**

**Figura 39 - Imagem ao MEV do protótipo poroso produzido pelo processo MPI. (aumento de 25X) .....64**

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Propriedades físicas e mecânicas do titânio puro.....	6
Tabela 2: Apresentação dos diferentes graus de titânio conforme norma ASTM F-67. ....	7
Tabela 3: Composição do <i>feedstock</i> . ....	32
Tabela 4: Parâmetros de injeção.....	35
Tabela 5: Valores (em Vickers $_{0,5}$ ) do ensaio de microdureza das amostras por ponto de coleta.....	52
Tabela 6: Valores em porcentagem (%) do perímetro medido do contato osso-implante de todos os protótipos.....	54
Tabela 7: Porosidade Média obtida dos protótipos dos implantes porosos. ...	63
Tabela 8: Média das medidas no plano bidimensional (altura e largura) dos poros presentes na superfície do protótipo .....	65

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

Å – Ângstrom

ADA – *American Dental Association*

ALP – atividade de fosfatase alcalina

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Óxido de Alumínio

ASTM – *American Society for Testing and Materials*

C<sup>+</sup> - íon carbono

Ca - Cálcio

CO<sup>+</sup> - óxido de carbono

CO<sub>2</sub> – Dióxido de carbono

CREAL - Centro de Reprodução e Experimentação de Animais de Laboratório

Gpa = Giga pascal = 10<sup>-12</sup> Pa

H<sub>2</sub> - hidrogênio

HÁ – hidroxiapatita

HDH – Hidratação – Dehidratação

HCl – ácido sulfúrico

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - ácido hidrocloreídrico

HNO<sub>3</sub> – ácido nítrico

ISO – *International Standardization Organization*

ITI – *International Team for Oral Implantology*

kg – kilogramas

modSLA – superfície jateada e atacada com ácido modificada com banho de nitrogênio

MEV – microscopia eletrônica de varredura

mg – miligramas

ml - mililitros

MIM – *metal injection molding*

MHV<sub>0,5</sub> – microdureza Vickers com carga de 500g

MP – metalurgia do pó

Mpa – Megapascal =  $10^{-6}$  Pa

MPI – moldagem de pós metálicos por injeção

N<sup>+</sup> - íon nitrogênio

NaCl – Cloreto de Sódio

Ne<sup>+</sup> - íon neônio

NH<sub>2</sub><sup>+</sup> - íon de amina

OH<sup>1-</sup> hidroxila

% - percentagem

P - fósforo

ppm – partes por milhão

R<sub>a</sub> – rugosidade de superfície

RTM – teste de torque para remoção

T – tecido ósseo

TGA - análise termogravimétrica

Ti cp – titânio comercialmente puro

TiH<sub>2</sub> - hidreto de titânio

TiO<sub>2</sub> – dióxido de titânio

Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – óxido de titânio

TPS – plasma- *spray* de titânio

SBM – *sandblasted* - jateamento com partículas

SLActive – superfície jateada e atacada com ácido e banhada com nitrogênio

UFRGS- Universidade Federal do Rio Grande do Sul

μ - micron

μm - micrômetro

$\alpha$  – alfa (tipo de estrutura cristalina)

$\beta$  – beta (tipo de estrutura cristalina)

## RESUMO

A produção de peças de titânio a partir da metalurgia do pó é uma das tendências da metalurgia moderna, uma vez que permite a obtenção de estruturas com geometrias complexas e com porosidade controlada.

Este estudo teve por objetivo produzir dois tipos de protótipos de implante dentário e comparar biologicamente cada um. Foram obtidos protótipos de superfície usinada pelo processo convencional de usinagem e protótipos de superfície porosa pelo processo de Moldagem de Pós Metálicos por Injeção (MPI).

Os protótipos foram implantados em ratos que, após 3 e 6 semanas, foram sacrificados e a interface osso/implante analisada. Os resultados mostraram que todos protótipos encontravam-se clinicamente estáveis no final dos dois períodos de cicatrização, mas os produzidos pelo processo MPI, que permaneceram 3 semanas, apresentaram um percentual de osseointegração (contato osso/implante) significativamente maior que os protótipos usinados do mesmo período de cicatrização. Entre os grupos de 6 semanas não houve diferença significativa.

Conclui-se que houve crescimento de tecido ósseo independente do tipo de superfície e, que a porosidade superficial obtida pelo processo MPI influenciou na quantidade de osso neoformado em torno da superfície dos implantes, possibilitando uma rápida e rígida fixação já na terceira semana de cicatrização.



## **ABSTRACT**

The production of titanium parts from powder metallurgy is one of the tendencies of modern metallurgy, since it allows obtaining structures with complex geometries and controlled porosity. The purpose of this study was to produce two types of dental implant prototype, and compare them biologically. Surface prototypes were obtained, milled by the conventional milling process and porous surface prototypes using the Metal Injection Molding (MIM).

The prototypes were implanted in rats that were euthanized after three and six weeks, and the bone/implant interface was analyzed. The results showed that all prototypes were clinically stable at the end of the two healing periods, but those produced by the MIM process, which remained for 3 weeks, presented a significantly higher percentage of osseointegration (bone/implant contact) than the milled prototypes in the same healing period. No significant difference was found among the 6-week groups.

It is concluded that the bone tissue grew independent of type of implant, enabling quick, rigid fixation already in the third week of the healing process.

## 1 INTRODUÇÃO

O avanço das pesquisas com biomateriais nas áreas de Engenharia de Materiais e Metalúrgica utilizados para substituição de estruturas biológicas desencadearam uma nova era na medicina e odontologia. Em relação aos biomateriais para implantes dentários, investigam-se materiais com propriedades específicas para obtenção de melhor integração entre implante metálico e tecido ósseo.

A importância tecnológica do titânio como biomaterial metálico, tem sido exaustivamente investigada nos últimos 50 anos (HENRIQUES, 2005). Suas propriedades mecânico-metalúrgicas favoráveis como baixo módulo de elasticidade, biocompatibilidade, alta resistência à corrosão, boa estabilidade química e termodinâmica da camada de óxido de titânio, baixa densidade, alta resistência mecânica e excelente conformabilidade, favorecem uma forte união entre implante e tecido ósseo (ALBREKTSSON, JACOBSSON, 1987).

Albrektsson et al. (1981) descrevem a qualidade da superfície do implante como um dos pré-requisitos para se obter uma osseointegração desejada. As variações na topografia da superfície dos implantes propiciam diferentes níveis de interação com as células do tecido ósseo.

Sykaras et al. (2000) classificaram em três os tipos de superfície dos implantes: usinada, rugosa e porosa. Superfície usinada: apresenta aspecto macroscópico liso e brilhante, obtida pela usinagem de uma barra de titânio. Microscopicamente, esta superfície apresenta ranhuras paralelas e perpendiculares entre si. Superfície rugosa: obtida pelo processo de aspersão térmica, conhecido como *titanium plasma spray* (TPS) onde a superfície é recoberta com partículas de Ti ou por deposição de HA (hidroxiapatita). Superfície porosa: obtida pelo jateamento de partículas de óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) ou óxido de titânio ( $TiO_2$ ) ou ainda, através de ataques químicos com ácido hidroclorídrico e/ou sulfúrico ( $HCl/H_2SO_4$ ).

Vários autores têm demonstrado o grau de influência das superfícies tratadas sobre o crescimento ósseo nos implantes de titânio. Relatam um aumento

significativo no percentual de osso em contato com o titânio quando comparadas com superfícies usinadas. Isso se explica pelo fato da superfície tratada oferecer uma maior área de contato em relação à usinada, melhorando e estimulando a proliferação óssea (BUSER et al., 1991; BOYAN et al. 1996; HANAHA, 1999; BUSER et al., 2004; SADER et al., 2005; SANTIAGO et al., 2005; MÜLLER et al., 2006).

O tempo ideal que se deve aguardar para colocação da prótese definitiva sobre o implante é de 4 a 6 meses. O maior desafio da implantodontia é diminuir este tempo. As pesquisas continuam com este objetivo, dentre elas as que propõem otimizar as superfícies dos sistemas de implantes.

Desta forma, técnicas da metalurgia do pó como o processo de moldagem de pós metálicos por injeção (MPI) ou *Metal Injection Molding* (MIM), constituem uma alternativa competitiva quando comparado aos processos convencionais de fabricação, pois possibilitam a fabricação de peças com geometrias complexas de superfície naturalmente porosa e próximas às dimensões finais. As propriedades inerentes ao processo MPI como redução de etapas, melhor acabamento superficial, homogeneidade microestrutural, controle da porosidade da peça, são de extrema relevância para o avanço das pesquisas na área de osseointegração, além de contribuírem para a redução do custo final de fabricação.

Diante destas considerações, o presente trabalho teve como objetivo produzir, implantar e comparar histologicamente a biofuncionalidade dos protótipos de implantes a base de titânio comercialmente puro (Ti cp) pela mensuração do perímetro ósseo integrado ao parafuso. Considerou-se como variáveis, os tipos de superfície obtida (porosa e usinada) e o tempo de cicatrização do protótipo na tíbia do animal.

Trata-se de um estudo pertinente, pois busca minimizar custos e eliminar etapas de fabricação. Nesse contexto, a utilização de processos mais simples e econômicos cria novas perspectivas tanto para a ciência como para milhões de pacientes com necessidades protéticas.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 BIOMATERIAL / BIOCOMPATIBILIDADE

Os biomateriais são usados em dispositivos médicos, sobretudo naqueles que são temporária ou permanentemente implantados no corpo humano. O termo biomaterial foi definido na Conferência do Instituto Nacional de Desenvolvimento de Consenso em Saúde em 1982 como:

Qualquer substância ou combinação de substâncias que não sejam drogas ou fármacos, de origem natural ou sintética, que possam 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.

O material implantado deve ser biocompatível para que a relação biomaterial-hospedeiro não desencadeie reações adversas ou incontroláveis nos sistemas biológicos (SCHROEDER et al., 1994). Entende-se como biocompatibilidade a capacidade de um material desempenhar, em aplicações específicas, uma resposta apropriada no organismo receptor (WILLIAMS, 1987).

Relatava-se que materiais biocompatíveis deviam ser totalmente inertes e inócuos. Entretanto, este conceito evoluiu, pois nenhum material é absolutamente inerte ao corpo humano, todos provocam reações teciduais controláveis pelo sistema. Os biomateriais, quando implantados na cavidade bucal, estão permanentemente em contato com ambientes bastante agressivos como placa bacteriana, fluidos corpóreos como saliva e sangue (SCHROEDER et al., 1994).

Schroeder et al. (1994) afirmam que os fatores que influenciam a biocompatibilidade incluem propriedades químicas, mecânicas, elétricas e específicas da superfície. A biocompatibilidade dos materiais para implantes osseointegráveis é avaliada principalmente pela reação do osso ao material e pela degradação do material no hospedeiro.

## **2.2 TITÂNIO COMO BIOMATERIAL**

No início da década de 40, pesquisas de biocompatibilidade realizadas em animais de laboratório por Bothe, Beaton e Davenport indicaram o titânio como um material extremamente tolerável pelos tecidos vivos (WILLIAMS, 1981).

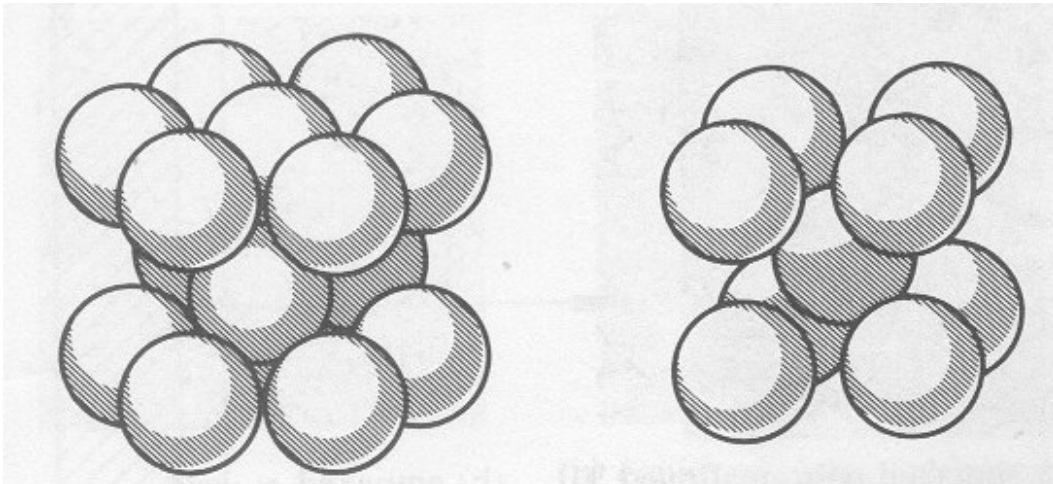
Leventhal (1951) implantou metais em tecidos moles e duros de coelhos e confirmou essa excelente tolerância dos tecidos ao titânio.

Com o respaldo das pesquisas iniciadas nos anos 50 e 60, o emprego do titânio comercialmente puro (Ti cp) e das ligas como biomaterial em várias áreas biomédicas aumentou exponencialmente, tornando-o indiscutivelmente o material de eleição para confecção de implantes (ALBREKTSSON et al., 1981).

## **2.3 CARACTERÍSTICAS METALÚRGICAS DO TITÂNIO**

### **2.3.1 Estrutura Cristalina do titânio**

O titânio é um elemento alotrópico, isto é, existe sob mais de uma forma cristalina. A temperatura ambiente, possui uma estrutura cristalina hexagonal compacta (hc) denominada fase alfa ( $\alpha$ ) - (Ti- $\alpha$ ). Esta estrutura transforma-se em cúbica de corpo centrado (ccc), denominada fase beta ( $\beta$ ) - (Ti- $\beta$ ) na temperatura de 882°C (figura 1) (DONACHIE, 1989).



hexagonal compacto (hc) – fase alfa  $\alpha$       cúbico de corpo centrado (ccc) – fase beta  $\beta$

Figura 1. Formas cristalinas do titânio.

Fonte: Donachie, 1989

No titânio puro, a fase alfa é estável abaixo de  $880 \pm 2^\circ\text{C}$ , onde ocorre a transformação para fase beta, mais estável. Esta temperatura é conhecida como a temperatura de  $\beta$  – *transus temperature*. A fase beta é estável de  $880 \pm 2^\circ\text{C}$  até a temperatura de fusão do metal ( $1668^\circ\text{C}$ ). Acima da transição  $\alpha \beta$ , o titânio torna-se mais propenso à oxidação, enquanto na região  $\beta$ , o crescimento dos grãos causa redução da resistência mecânica. (MITKOV e BOŽIĆ, 1996)

A temperatura de transformação pode ser alterada pela adição de elementos de liga. Os elementos alfa-estabilizadores, dentre os quais se destacam Al, Sn, Ga, Ge, C, O, N, elevam essa temperatura, enquanto elementos beta-estabilizadores como V, Mo, Ta, Nb, Cr, Fe, Ni, Cu, baixam esta temperatura (SCHWANKE, 2000).

O aquecimento do titânio ao ar em alta temperatura, por exemplo, não resulta somente na sua oxidação, mas também, no endurecimento por solução sólida, como resultado da difusão do oxigênio e do nitrogênio. Forma-se, assim, uma fase- $\alpha$  endurecida por esses elementos na camada externa de amostra. Normalmente, esta camada é removida por usinagem, reação química ou outros meios, pois essa fase- $\alpha$  endurecida reduz a resistência à fadiga e a ductilidade (DONACHIE, 1989).

### 2.3.2 Propriedades do Titânio comercialmente puro (Ti cp)

#### Propriedades Físicas

A mais importante propriedade física do titânio do ponto de vista comercial é a alta razão entre a resistência mecânica e densidade (resistência máxima > 690 Mpa e uma densidade de  $4,51 \text{ g/cm}^3$  a  $25^\circ\text{C}$ ). Essa densidade representa 60% da densidade do aço e, 61% mais denso que o alumínio (DONACHIE, 1989).

Por possuir um alto ponto de fusão ( $\pm 1668^\circ\text{C}$ ) o titânio pode ser ligado para manter a resistência acima do limite útil das ligas de alumínio e magnésio, enquanto suas ligas podem ser produzidas com resistência equivalente ao aço de alta resistência, com densidades em torno de 60% das ligas de ferro. As propriedades físicas do Ti cp estão relacionadas na Tabela 1.

**Tabela 1**

Propriedades físicas e mecânicas do titânio puro.

PROPRIEDADES DO TITÂNIO	VALORES PARA Ti cp
Número atômico	22
Configuração eletrônica externa	$3d^2 4s^2$
Peso atômico	47,90g/mol
Densidade do sólido	$4,51 \text{ g/cm}^3$
Volume atômico	$10,6 \text{ cm}^3$
Ponto de Fusão	$1668^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$
Ponto de Ebulição	$3260^\circ\text{C}$
Potencial de ionização	6,83 eV
Eletronegatividade	1,6
Raio iônico, $M^{4+}$	0,68 Å
Raio metálico (coordenação 12)	1,47 Å
Condutividade térmica	$0,2 \text{ J/cm.K}$ ou $0,041 \text{ cal/cm.seg}^\circ\text{C}$
Coefficiente de expansão térmica a $20^\circ\text{C}$	$8,35\mu\text{m/m.K}$ ou $9:6 \times 10^{-7} \text{ K}^{-1}$
Coefficiente de Poisson	0,41
Calor específico	$0,125 \text{ cal}^\circ\text{C.g} = 520 \text{ J/kg}$
Módulo de elasticidade em tração	102,7 GPa
Módulo de elasticidade em compressão	44,82 GPa
Módulo de elasticidade em torção	101 GPa

Fonte: Adaptado de Williams, 1981 e Donachie, 1989

## Propriedades Mecânicas do Ti cp

Conforme Donachie (1989) as propriedades mecânicas dependem da pureza do metal. O Ti cp apresenta teores de pureza variando de acordo com os teores de oxigênio, hidrogênio, nitrogênio, carbono e ferro.

Nos Estados Unidos da América produção comercial do titânio é controlada pela *American Society for Testing Materials* (ASTM), que estabelece normas e especifica padrões que cobrem requisitos químicos, mecânicos e metalúrgicos para os quatro graus de Ti cp e para as ligas de titânio utilizados na fabricação de implantes (LEMONS, MISCH, 2000).

A especificação padrão para o Ti cp, segundo a designação da ASTM F-67, estabelece a seguinte composição química com os valores máximos para os seguintes elementos:

**Tabela 2**

Apresentação dos diferentes graus de titânio conforme norma ASTM F-67.

Elementos (%)	Grau 1	Grau 2	Grau 3	Grau 4
Nitrogênio	0.03	0.03	0.05	0.05
Carbono	0.10	0.10	0.10	0.10
Hidrogênio	0.015	0.015	0.015	0.015
Ferro	0.20	0.30	0.30	0.50
Oxigênio	0.18	0.25	0.35	0.40
Totais residuais	0.4	0.4	0.4	0.4
Titânio	99,07	98,91	98,78	98,54

Fonte: Donachie (1989)

Donachie (1989) afirma que o oxigênio, nitrogênio e o carbono, possuem grande influência no sentido de reduzir a ductilidade final do produto. O carbono em concentrações acima de 0,25% (em peso), devido à formação de carbeto de titânio (TiC), aumenta a resistência mecânica e reduz drasticamente a ductilidade. Por este motivo, seu teor é normalmente limitado a aproximadamente 0,08% (em peso) como mostra tabela 2.



O Ti cp de grau 1 possui mais baixa resistência e é usado onde alta pureza é desejada; no entanto o de grau 2 é usado com mais frequência em virtude de suas propriedades mecânicas superiores e menor custo. Os graus 3 e 4 são versões de mais alta resistência do que o de grau 2 (SCHWANKE, 2000).

O Ti cp de grau 4 é usado nos implantes *ITI (International Team for Oral Implantology)*. O grau 4 indica um material com elevado conteúdo de oxigênio e ferro; esses elementos estão em solução no titânio e seu principal efeito é melhorar as propriedades mecânicas (BIDEZ, MISCH, 2000).

Os materiais utilizados na implantodontia além da biocompatibilidade devem apresentar propriedades mecânicas adequadas como resistência à fadiga, resistência à compressão, dureza, módulo de elasticidade compatíveis com o tecido biológico (BIDEZ, MISCH, 2000).

Quanto mais o módulo de elasticidade do implante se assemelha ao dos tecidos biológicos adjacentes, menor a probabilidade de movimento relativo na interface tecido/implante. O osso cortical é pelo menos 5 vezes mais flexível do que o titânio. À medida que a magnitude da tensão aumenta, a diferença relativa entre a rigidez do osso e do titânio aumenta. Ou seja, o osso viscoelástico pode ficar em contato com o titânio mais rígido, de forma previsível, quando a tensão for baixa (BIDEZ, MISCH, 2000).

Segundo Williams (1981), o módulo de elasticidade do titânio, a temperatura ambiente, é compatível com tecidos orgânicos calcificados, ou seja, pequeno quando comparado ao valor do aço inoxidável (210 GPa) permitindo um comportamento mecânico, isto é, deformação semelhante ao do conjunto composto pela peça metálica e pelo tecido calcificado quando submetido a forças fisiológicas da mastigação.

Vonrecuum (1986) e Plenk et al. (1996) apud Lemons e Misch (2000) afirmam que devido ao osso poder modificar a sua estrutura em resposta às forças exercidas sobre ele, os materiais e formatos dos implantes devem ser projetados para um desempenho semelhante otimizando a relação osso/implante. O limite máximo da tensão diminui com um número crescente de ciclos de carga, ou seja, quanto maior a carga aplicada, mais alta a tensão mecânica e a possibilidade de exceder o limite de resistência do material à fadiga.

## Resistência do Titânio à Corrosão

O desempenho funcional, a durabilidade e a biocompatibilidade do titânio são decorrência de vários fatores, dentre eles a sua resistência à oxidação e à corrosão no meio bucal (BOTTINO, 1999).

Kasemo (1983) reportou a estabilidade química do  $TiO_2$  em meio orgânico como um dos fatores responsáveis pela biocompatibilidade dos implantes metálicos de Ti cp. Através de cortes histológicos, observou na superfície do implante a interação dos óxidos da camada metálica externa com os fluidos corpóreos.

Donachie (1989) afirmou que em geral, os fluidos corpóreos são sais clorídricos (solução de 0,9% de NaCl) com pH de 7,4 até a faixa ácida onde se encontram os ácidos orgânicos e outros componentes. Nesta faixa, o titânio é totalmente imune, isto é, não é suscetível à corrosão.

Brème (1989) relatou que a alta resistência à corrosão é requerida para os implantes intracorpóreos porque o corpo humano é um ambiente composto de uma solução salina oxigenada que contém proteínas. O titânio praticamente não sofre corrosão em soluções neutras, especialmente naquelas contendo o íon cloreto, que ataca a maioria dos metais e ligas.

Simon et al. (2005) observaram que a resistência à corrosão e biocompatibilidade do Ti cp foi significativamente maior em superfícies submetidas à sinterização de microesferas de titânio do que em superfícies que receberam outros tipos de tratamentos.

As reações químicas que consistem em ceder ou receber elétrons são denominadas de oxidação-redução. Os processos de corrosão ocorrem devido a essas reações. O metal age como redutor, cedendo elétrons que são recebidos por uma substância, o oxidante, existente no meio corrosivo. Portanto, a corrosão é um modo de destruição do metal, progredindo através da sua superfície, com formação de seus íons nos locais da superfície com características de potencial mais ativo ou anódico (menos nobre), com valor mais negativo e a redução de um espécime oxidante, presente no meio, nos locais da superfície do metal com características de potencial menos ativo ou catódico (mais nobre), com valor mais positivo. A região anódica de interesse, num processo de corrosão, é a oxidação do próprio metal e

caracteriza a corrosão ou desgaste deste, sendo assim fonte de elétrons que são consumidos na área catódica (McAlarney et al., 1996; apud BOTTINO et al., 1999).

Kasemo (1983) relata que por ter uma superfície com alta energia, o titânio após a usinagem adsorve moléculas de  $O_2$ , as quais após cerca de 10 nanosegundos se dissociam e formam a primeira monocamada de oxigênio que se transforma em óxidos de titânio em alguns milissegundos e assim uma camada maior de 10 ângstrons (Å) é formada, e logo a camada adquire uma espessura na ordem de 50 a 100 Å. Os óxidos mais presentes na camada superficial de um implante de Ti cp são  $Ti_2O_3$ ,  $TiO$  e  $TiO_2$ , sendo o último o seu principal componente. Assim, dificilmente haverá contato entre o corpo hospedeiro e o titânio puro, mas certamente com a camada de óxido de titânio.

Kasemo (1983) afirma que este processo de corrosão existe, mas aparentemente é muito lento com o titânio devido à estabilidade desta camada. Este processo ocorre com a difusão do átomo metálico para a superfície do óxido e a difusão do oxigênio iônico da superfície do óxido para a interface metal/óxido. A figura 3 mostra adsorção e desadsorção de moléculas nesta camada de óxido. Entretanto, esta heterogeneidade química da superfície do implante pode mudar a resistência à corrosão no meio fisiológico incluindo íons minerais de cálcio (Ca) e fósforo (P) e, átomos de hidrogênio (prótons), pela formação de hidróxido ( $OH^{-}$ ).

Com a alteração da camada de óxido por estes diversos processos, impurezas como C, N também podem ser introduzidas nesta camada, possivelmente adsorvidas do ar, dos tratamentos de preparo de superfície, manipulação e lubrificantes usados na usinagem. Logo, para a biocompatibilidade dos implantes de Ti cp, as propriedades dos óxidos (tipos de óxidos e espessura da camada) são tão importantes quanto às do metal (KASEMO, 1983).

A figura 2 ilustra os processos químicos que ocorrem na interface entre tecido ósseo e implante. Observa-se que todas as interações ocorrem entre a superfície do óxido e as biomoléculas e esta interação requer transporte de pequenas moléculas (átomos, íons) através da camada de óxido (KASEMO, 1983).

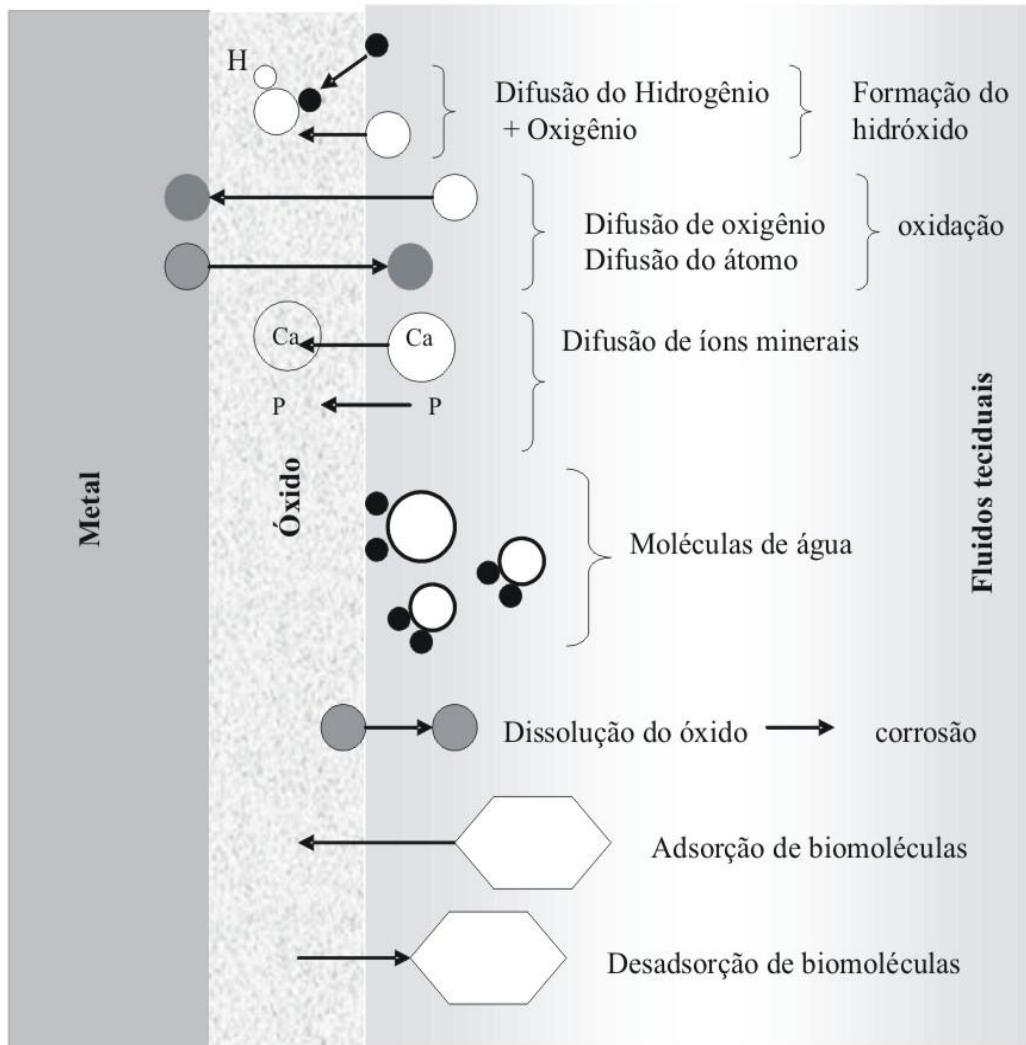


Figura 2 - Processos químicos que ocorrem na interface entre tecido ósseo e implante.

## 2.4 TECIDO ÓSSEO

Segundo Junqueira e Carneiro (1985) o tecido ósseo é um dos mais resistentes e rígidos do corpo humano, sucedendo à cartilagem. É um tecido muito plástico apesar da sua resistência às pressões e da sua dureza, sendo capaz de remodelar sua estrutura interna em resposta a modificações nas forças a que está submetido normalmente.

Bechelli (2006) relata que o osso responde a três funções: físicas, proteção dos órgãos e químicas como reserva de íons cálcio, fosfato e magnésio é um tecido conjuntivo vivo e dinâmico, o qual está envolvido em duas funções básicas: prover a integridade mecânica para a locomoção e proteção.

A macroestrutura óssea é composta por uma cortical compacta externa formada de tecido ósseo disposto em lamelas concêntricas a um canal central (canal de Havers), formando o sistema de Havers. No interior do osso existe tecido esponjoso ou trabecular, formado por lamelas sobrepostas que adotam uma disposição em forma de trama, deixando espaços lacunares que são ocupados pela medula óssea hematopoética (BECHELLI, 2006).

A figura 3 apresenta de forma esquemática um corte transversal de uma tíbia de rato, delimitando área de osso cortical e osso medular e ao centro, a região medular.

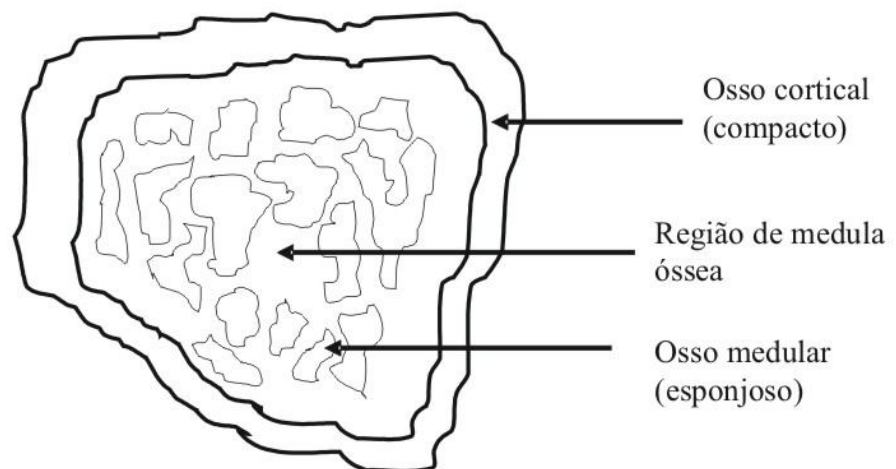


Figura 3- Esquema do corte transversal da tíbia.

A estrutura óssea é um sistema dinâmico constituída por osso maduro o qual está continuamente sendo reabsorvido e substituído por osso novo. O nível de tensão aplicada sobre o tecido ósseo é um dos fatores que controla esse processo. Do ponto de vista da implantodontia, existem dois momentos nos quais o tecido ósseo é submetido a tensões: durante a cirurgia, no aparafusamento final do implante e quando o mesmo começa a receber forças oclusais. Quanto menor a diferença entre o módulo de elasticidade do osso e do implante, menor será a tensão submetida na interface osso-implante durante o processo mastigatório estimulando a osseointegração (BECHELLI, 2006).

#### **2.4.1 Histórico da Osseointegração**

Brånemark (1985) definiu o termo “osseointegração” como sendo a ligação direta, estrutural e funcional entre osso ordenado e vivo e a superfície de um implante sujeito a cargas funcionais. O fenômeno biológico da osseointegração foi observado durante estudos clínicos experimentais *in situ* e *in vivo* sobre regeneração de medula óssea em coelhos. Esses estudos foram realizados com uma técnica de microscopia vital que consistia na inserção de uma câmara de titânio contendo um sistema ótico na fíbula do coelho. No momento da retirada das câmeras óticas, observou-se que o osso aderira ao metal com grande tenacidade e que a estrutura metálica tornava-se incorporada ao tecido ósseo.

Em estudos usando microscopia eletrônica de varredura, observou-se a existência de uma camada de lipoproteínas entre o implante e o tecido ósseo. O conceito de osseointegração foi então redefinido com ênfase no implante estar em função, pois a observação do contato direto osso-implante depende da escala de aumentos que estiver sendo utilizada. A definição aceita atualmente é a de Albrektsson e Zarb (1993) “Osseointegração é o processo pelo qual a fixação rígida e assintomática de um material aloplástico no osso é obtida e mantida durante a função”

Albrektsson et al. (1981) estabeleceram uma série de condições básicas para que ocorresse a integração do titânio, tais como: a superfície do titânio estéril e em estado reativo, trauma mínimo sobre o local do implante, biocompatibilidade entre metal e osso, período de cicatrização atraumática, o desenho do implante, o estado do hospedeiro e as condições das cargas aplicadas sobre os implantes após sua instalação.

Segundo Kasemo (1983) a interação biomaterial/tecido depende, em parte, das características da superfície do material para implante incluindo rugosidade, composição e microestrutura, camada de óxidos e possíveis contaminantes.

#### **2.4.2 Mecânica da Osseointegração**

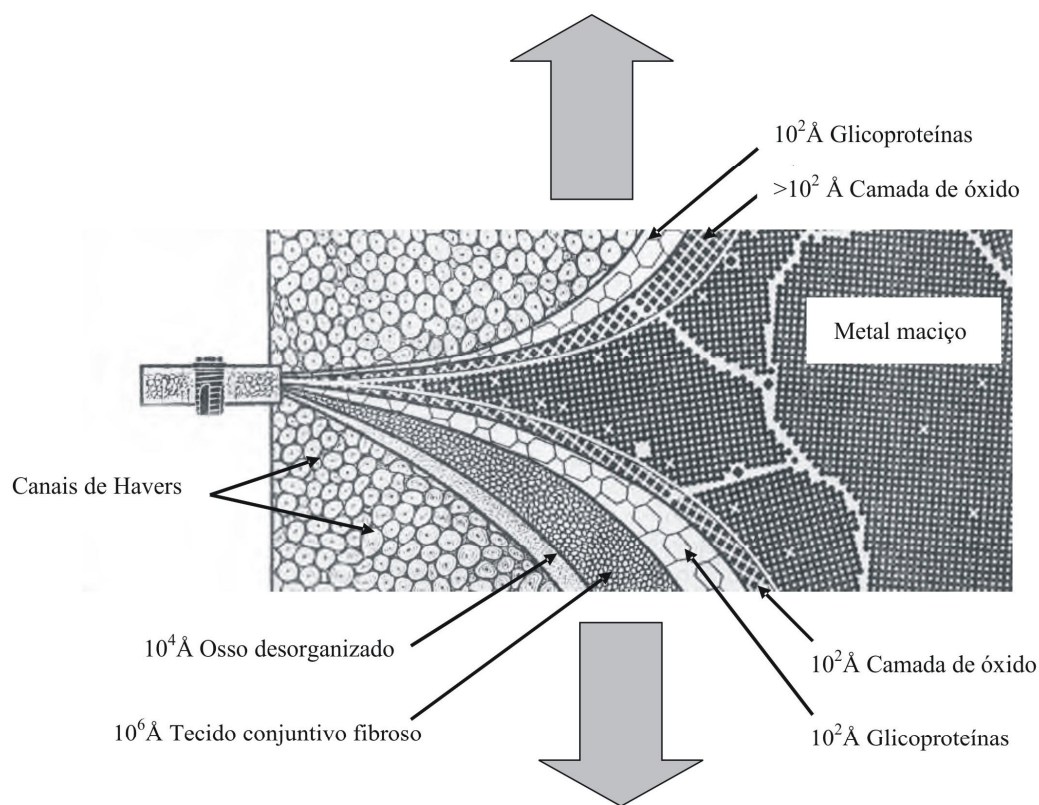
O primeiro tecido a entrar em contato com o implante é o sangue, cujo volume envolvendo o implante vai variar em função da geometria do implante e do sítio cirúrgico. O coágulo sofre uma série de eventos biológicos que terminam na formação de tecido ósseo ao redor do implante. O implante entra em contato com percentagens variáveis de osso cortical, osso trabecular e medula óssea. Algumas áreas comprimem o tecido ósseo enquanto outras ficam em contato com sangue e uma variedade de células. Essa característica demonstra a presença de várias interfaces com o implante (INOUE et. al., 1999).

Durante o processo de osseointegração, o metal é condicionado pelos componentes do fluido onde está inserido, seja soro, saliva, ou meio de cultura de células. A superfície do biomaterial é coberta com uma mistura de lipídios, açúcares, íons e proteínas específicas para a composição química, topografia e a densidade de carga do substrato. As características da superfície determinam quais moléculas são adsorvidas, ao passo que a natureza e orientação dessas biomoléculas são conseqüências diretas no recrutamento, ancoragem, proliferação e diferenciação das células. A ancoragem das células requer a presença de proteínas de ligação específicas, enquanto a proliferação e diferenciação requerem fatores de crescimento e citocinas (BOYAN et al., 1996).

Amarante e Lima (2001) relatam que a adsorção protéica ocorre rapidamente (camada de 2 a 5 nm) no primeiro minuto ao contato com sangue. As células não se aderem diretamente às superfícies dos materiais e sim à camada glicoprotéica extracelular que está adsorvida na superfície do implante.

Albrektsson e Jacobson (1987) descreveram a interface osso-implante (figura 4) concluindo que, após um ano de implantação, a interface seria composta pelas seguintes estruturas: corpo do implante Ti 99,9%, superfície do implante óxido do metal  $TiO_2$  ( $10^2\text{Å}$ ), proteoglicanas ( $10^2\text{Å}$ ), tecido conjuntivo fibroso ( $10^6\text{Å}$ ), osso desorganizado e canais de Havers.

Aspecto excelente após 1 ano de implantação = OSSEOINTEGRAÇÃO



Aspecto após 1 ano: IMPLANTE PERDIDO

Figura 4 – Esquema mostra as estruturas envolvidas no processo de osseointegração.

Fonte: Adaptada de Albrektsson e Jacobsson, 1987



## 2.5 TOPOGRAFIA MODIFICADA DA SUPERFÍCIE DO Ti cp

A partir da década de 80, o sucesso da osseointegração tem-se baseado na modificação da superfície externa do implante. Essas modificações envolvem desde tratamentos puramente mecânicos que visam o aumento da rugosidade superficial até tratamentos químicos que envolvem mudanças estruturais na camada de óxido.

Segundo Teixeira (2001), os tratamentos para modificar a estrutura superficial dos implantes osseointegrados podem ser classificados em dois grandes grupos: processo de adição e de subtração de material.

Os tratamentos superficiais por adição geralmente são obtidos pela manipulação de partículas de óxidos com tamanhos maiores (44 a 150  $\mu\text{m}$ ) e formatos esféricos. O processo mais comumente empregado pelos fabricantes é a técnica de *spray* de plasma (TPS), realizado com jateamento de partículas de titânio que imediatamente se oxidam obtendo as mesmas características dos óxidos superficiais dos implantes sem tratamento superficial.

Nos tratamentos por subtração, a técnica mais aplicada é a do ataque ácido, na qual os implantes são imersos em ácido hidrocloreto (HCl) altamente concentrado ou sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) por um tempo determinado, criando pequenas rugosidades na superfície usinada do implante. Outra técnica é a do jateamento de partículas de óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), óxido de titânio (TiO) ou sílica as quais produzem ranhuras irregulares provocadas pelo choque das partículas contra a superfície do implante.

Segundo Sykaras et al. (2000) para obter-se superfície porosa pelas técnicas atuais de tratamento superficial são necessárias partículas esféricas metálicas ou materiais cerâmico para serem projetadas e sinterizadas sobre o implante. A superfície porosa é caracterizada pelo tamanho, formato, volume e, profundidade do poro, os quais são determinados pelo tamanho da partícula, condições de temperatura e pressão do forno de sinterização. A profundidade do poro depende do tamanho das partículas (44 a 150 $\mu\text{m}$ ) e de sua concentração por unidade de área, assim como da espessura do revestimento (aproximadamente 3 $\mu\text{m}$ )

Bathomarco (2003) afirma que o nível de rugosidade deve ser controlado porque as células necessitam de pontos de ancoragem na superfície do implante, para iniciar a proliferação e garantir a biofixação. Se a superfície possui rugosidade muito menor que o tamanho das células poderá ocorrer ausência dos sítios de fixação; por outro lado, se o implante possuir grandes picos e vales, estes em relação a célula tornam-se superfícies lisas, e igualmente, não poderão se fixar. Assim admite-se que existe uma rugosidade ideal para fixação do implante.

Considerando que a interação das células e dos tecidos com o implante são afetadas pela topografia em níveis macroscópicos, e a rugosidade em nível microscópico, a priori, espera-se que o aumento da área superficial do implante crie um maior número de sítios para as células se ligarem, facilite o crescimento celular e aumente a estabilidade mecânica. Porém isto não é uma regra geral. Fibroblastos evitam as superfícies rugosas e se acumulam em regiões mais lisas. Em contrapartida, macrófagos exibem rugofilia, ou seja, preferem superfícies rugosas. As células epiteliais são mais atraídas por superfícies rugosas do que pelas lisas, assim como células osteoblásticas aderem com maior facilidade a superfícies rugosas, como as encontradas em implantes comerciais tratados por jateamento (BATHOMARCO, 2003).

Conforme Boyan et al. (1996) existem muitos estudos que comprovam os resultados positivos de tratamento de superfície dos implantes dentários, obtidos em testes *in vitro* e *in vivo* no quesito percentual de contato osso-implante, sugere-se a manifestação de efeitos benéficos desta técnica nos componentes celulares e teciduais envolvidos na osseointegração. 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 metal-osso, imediatamente após a inserção cirúrgica do implante. No aspecto celular, a presença de rugosidade na superfície é tida como de grande influência, seja nos processos iniciais de vascularização dos tecidos circundantes ao implante, no pós-operatório imediato, seja nos padrões de migração, alinhamento, orientação, adesão e, finalmente, de atividade de produção protética e função celular.

A partir da década de 90, destacou-se uma promissora superfície denominada SLA (*sandblasted and acid-etching*). A superfície do implante passa por

um forte jateamento com areia, seguida de condicionamento ácido (HCl/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), responsável pela microrrugosidade perceptível ao microscópio eletrônico.

Buser et al. (2004) utilizaram implantes com superfície SLA, jateada com grãos de areia entre 0,25 e 0,50 µm e atacada com ácido HCl/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e testaram com implantes SLActive ou modSLA a qual recebe o mesmo jateamento e ataque ácido mas é banhada em nitrogênio (N<sub>2</sub>) e mantida em solução isotônica (NaCl) em um tubo de vidro selado. Esta superfície foi denominada pelo Instituto Straumann (Waldenburg, Suíça) como SLActive. Superfície extremamente hidrofílica com alta energia superficial na camada de TiO<sub>2</sub>, enquanto que a superfície SLA possui características hidrofóbicas, pois sua camada de TiO<sub>2</sub> apresenta uma menor energia superficial por adsorverem hidrocarbonetos e carbonetos da atmosfera ambiente. Os autores verificaram significativo aumento do contato osso/implante em 2 e 4 semanas de cicatrização de implantes modSLA quando comparados aos implantes SLA. Com 8 semanas os resultados observados foram similares. Concluíram que a superfície modSLA promoveu aumento da aposição óssea durante os estágios iniciais de cicatrização.

Motivados por tal descoberta, Zhao et al. (2005) em estudo *in vitro* com discos de Ti com superfície SLA e de superfície modSLA, constataram diferenciação celular dos osteoblastos nesta superfície quimicamente pura e hidrofílica. Os resultados sugerem evitar a exposição das superfícies rugosas com ar ambiente, reduzindo a contaminação com hidrocarbonetos. Observaram alta contaminação com carbono em superfícies SLA (34,2%) comparado a 14,9% da superfície modSLA, indicando uma alta adsorção de CO<sub>2</sub> e outras moléculas orgânicas do ar.

Maeztu et al. (2003) utilizou uma técnica para modificar a superfície do implante, inserindo íons através da tecnologia de alto-vácuo, na qual íons são bombardeados com alta velocidade contra a superfície do implante. Implantou em tibia de coelhos implantes com diferentes tratamentos iônicos. O primeiro grupo não recebeu tratamento (controle), o segundo grupo foi bombardeado com íons de óxido de carbono (CO<sup>+</sup>), o terceiro com nitrogênio (N<sup>+</sup>), o quarto com carbono (C<sup>+</sup>) e o quinto com neônio (Ne<sup>+</sup>). Os resultados indicaram crescimento ósseo em todos os grupos submetidos à ionização e houve diferença estatisticamente significativa no grupo ionizado com C<sup>+</sup> e CO<sup>+</sup>.

Os resultados de um estudo *in vitro* de Müller et al. (2006) mostraram claramente que osteoblastos humanos podem crescer entre os poros de uma superfície com 65% a 70% de porosidade e poros com diâmetro entre 250µm e 500µm. Promovendo ainda adesão e diferenciação dos osteoblastos.

Anselme e Bigerelle (2005) observaram morfologias e amplitudes diferentes de superfície rugosas obtidas por eletro-erosão, jateamento, polimento, ataque ácido e usinagem. A adesão foi maior em superfícies rugosas obtidas pelo processo de eletro-erosão, ataque ácido e menor nas superfícies usinadas obtidas pelos métodos de usinagem e polimento. Concluíram que osteoblastos humanos são mais sensíveis a uma topografia rugosa organizada com poros de dimensões entre 150 a 200µm de largura e 0,6 a 1,2µm de profundidade.

Rosa e Beloti (2003) realizaram estudo semelhante onde investigaram o efeito da rugosidade superficial de discos de liga de titânio sobre a resposta de células medulares de ratos cultivadas sobre comparando-os com discos de Ti cp. Os discos foram submetidos a quatro diferentes tratamentos de superfície: polimento com grãos de 0,05µm de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, jateamento com partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 25µm, 75µm e 250µm. Os resultados mostram que a superfície de Ti cp obteve melhor resposta biológica quando comparado com os discos de Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V. Sugere-se que isso se deve a liberação dos íons de alumínio e vanádio que inibiriam a diferenciação osteoblástica.

Piattelli et al. (2003) descreveram os efeitos de partículas de alumínio sobre a superfície de implantes de Ti na osseointegração. Utilizaram implantes usinados jateados com partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 100 - 120µm, nos quais um grupo de 24 implantes foi submetido ao processo de descontaminação para retirar possíveis resíduos e outro grupo somente submerso em solução salina. Os resultados histológicos não comprovaram a hipótese de que a presença de resíduos de alumínio na superfície de implantes afeta a osseointegração.

Novaes et al. (2002) publicaram um estudo em mandíbulas de cachorros no qual uma análise histomorfométrica foi realizada para comparar 4 diferentes tipos de tratamento superficial de implantes. Foram inseridos 4 implantes de 3.75mm de diâmetro e 10mm de comprimento com os seguintes tratamentos nas superfícies: lisa (usinada), plasma-spray de titânio (TPS), hidroxiapatita (HA) e jateamento com partículas (SBM). Os resultados foram obtidos através da análise da percentagem de

contato osso-implante: usinados 41,7%, TPS 48,9%, HA 57,9 % e SBM 68,5%. Os resultados de todos os implantes que receberam tratamento superficial foram superior aos resultados obtidos dos implantes lisos. Entretanto, esta diferença foi estatisticamente significativa somente entre os grupos SBM e usinados. A conclusão dos autores foi que o tratamento com jateamento de partículas promoveu um melhor contato entre osso-implante do que os implantes lisos depois de 90 dias.

Yang, Ong e Tian (2002) investigaram a resposta biológica de superfícies modificadas usando cachorros adultos do tipo Beagle. Foram avaliados 4 diferentes tratamentos de superfícies: jateamento com partículas de Ti, plasma *spray* de Ti, jateamento e implantação de íons de amina ( $\text{NH}_2^+$ ), plasma *spray* e implantação de íons de amina ( $\text{NH}_2^+$ ). Após 2, 4 e 8 semanas de cicatrização a interface osso-implante foi avaliada. A microscopia de fluorescência indicou contato direto de osso nos 4 tipos de superfície modificada. O grupo de 2 e 4 semanas revelou que houve incompleta cicatrização do osso ao redor do implante, entretanto, os implantes encontravam-se com osso neoformado a sua volta. Não foi observada diferença significativa na osseointegração após 8 semanas de implantação. Foi observado crescimento de osso dentro dos poros que atingiram 100 – 200  $\mu\text{m}$  de diâmetro, sugerindo uma retenção mecânica entre implante e tecido ósseo.

Amarante e Lima (2001) analisaram os resultados da literatura publicada sobre superfícies de implantes tratadas com plasma de titânio (TPS) e jateadas com areia e tratadas com ácido (SLA). Isoladamente a topografia da superfície foi a característica mais marcante no sucesso da osseointegração. Nesta revisão, os autores destacaram a superfície SLA, tratada com jatos de areia seguida de ataque ácido.

Deligianni et al. (2001) realizaram estudo *in vitro* no qual avaliaram a influência da rugosidade superficial no comportamento de células ósseas medulares de humanos e adsorção de proteínas. Investigaram como diferenças sutis de rugosidade poderiam modificar o comportamento celular *in vitro* a curto e longo prazo, e exploraram o quanto os osteoblastos reagem a essas diferenças de rugosidade. Concluíram que células ósseas medulares podem detectar mudanças de rugosidade da ordem de 0,60 $\mu\text{m}$  de profundidade e que um substrato rugoso induz uma mais rápida e melhor resposta destas células.

Orsini et al. (2000) em estudo *in vitro* compararam diferentes superfícies de implantes de titânio (usinadas, atacadas com ácido hidrófluorídrico 1% e 30% de ácido nítrico e jateadas). As células aderidas nas superfícies jateadas e tratadas com ácido mostraram uma morfologia irregular e muitos pseudópodos ao microscópio eletrônico de varredura. Esta irregularidade na morfologia pode melhorar a ancoragem inicial dessas células, promovendo uma melhor osseointegração nos implantes jateados e tratados com ácido.

Silva et al. (2000) também avaliaram quatro diferentes tratamentos de superfície de implantes de Ti cp (usinado, jateado com partículas de  $Al_2O_3$  variando entre 250 - 600 $\mu$ m de tamanho, plasma-*spray* com partículas de titânio com tamanho variável entre 300-500 $\mu$ m e revestimento com hidroxiapatita). Os implantes submetidos às duas últimas técnicas obtiveram os maiores valores de rugosidade superficial (5 $\mu$ m), seguidos dos implantes jateados e por último os usinados.

Simmons et al. (1999) compararam a resposta cicatricial inicial do tecido ósseo e ancoragem primária de dois tipos de superfícies de implantes obtidas pelo revestimento de partículas sinterizadas e pela técnica plasma-*spray*. Os autores concluíram que ambos os processos promoveram osseointegração e obtiveram características de adesão semelhantes. Demonstraram que a geometria da superfície pode influenciar a resposta cicatricial inicial do tecido ósseo em relação ao metal com significantes conseqüências em termos de estabilidade primária, acelerando o processo cicatricial, melhorando o potencial de osseointegração.

D'Lima et al. (1998) também mensuraram a osseointegração usando diferentes tratamentos de superfície em implantes cilíndricos transmedulares em coelhos. As superfícies testadas foram revestidas com uma malha de fibras de Ti cp, jateadas com areia e atacadas com ácido, as quais obtiveram os seguintes valores de rugosidade: 400  $\mu$ m, 18  $\mu$ m e 6  $\mu$ m, respectivamente. Através da microscopia eletrônica de varredura, analisaram a porcentagem de superfície em contato com osso após 2, 6 e 12 semanas. As três superfícies demonstraram resistências semelhantes ao teste de tração realizado aos 12 meses, mas a rugosidade superficial adquirida com ataque ácido (nítrico e hidrófluorídrico) foi significativamente maior que osseointegração obtida pela cobertura por fibras de Ti cp.

Piatteli et al. (1998) realizaram uma análise comparativa da resposta celular entre implantes usinados e jateados com partículas de óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) de  $150\mu\text{m}$ . Os implantes usinados apresentaram ranhuras típicas e os jateados uma superfície extremamente irregular, com depressões e rugosidade média de  $2,09\mu\text{m}$ . A análise histomorfométrica confirmou uma porcentagem significativamente maior de contato de osso na superfície jateada.

Wennerberg et al. (1996) jatearam implantes de Ti cp com partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{TiO}_2$  de  $25\mu\text{m}$  os quais foram inseridos em tíbias de coelhos. Investigaram o torque necessário para remover os implantes e realizaram análise histomorfométrica. No fêmur do coelho foram inseridos implantes usinados com rugosidade superficial entre  $0,34$  e  $0,54\mu\text{m}$  e jateados com partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de  $75\mu\text{m}$  com índices de rugosidade entre  $1,32$  a  $1,84\mu\text{m}$ . Os implantes jateados com partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{TiO}_2$  de  $25\mu\text{m}$  inseridos nas tíbias demonstraram resultados similares. Já os implantes jateados com partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de  $75\mu\text{m}$  quando comparados com usinados obtiveram maior contato osso/metal resultado estatisticamente significativo depois de 12 semanas implantado.

Martin et al. (1995) avaliaram os efeitos de diferentes superfícies rugosas de titânio sobre a proliferação e diferenciação celular e síntese de proteína de osteoblastos humanos. Os resultados mostraram que a superfície rugosa altera a proliferação e a diferenciação dos osteoblastos assim como a produção de matriz óssea *in vitro*.

Wong et al. (1995) confeccionaram implantes de Ti cp,  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$  e  $\text{Ti}_6\text{Al}_7\text{Nb}$ . Divididos em 9 grupos, foram jateados com partículas de areia de  $150\text{-}250\mu\text{m}$ ,  $300\text{-}400\mu\text{m}$  e tratados com ácido sulfúrico e hidrocloreídrico durante 5 min. O décimo grupo analisado foi com implante de  $\text{Ti}_6\text{Al}_7\text{Nb}$  jateado com hidroxiapatita. Observaram melhor osseointegração no décimo grupo mensurando a força necessária para remover o implante e o percentual de implante coberto por osso. Sugerem que a rugosidade superficial é um parâmetro importante para ancoragem e fixação do implante.

Buser et al. (1991) com a finalidade de avaliar a influência de diferentes características superficiais dos implantes em relação a osseointegração, publicaram um estudo no qual implantes cilíndricos ocos com 6 diferentes superfícies foram inseridos na metáfise da tíbia e fêmur de 6 roedores. Demonstraram uma correlação

positiva entre o percentual de contato ósseo medular ao implante e a crescente rugosidade obtida pelos diferentes tratamentos das 6 superfícies testadas. Histologicamente todas as superfícies avaliadas demonstraram contato direto entre osso e implante. Entretanto, a análise morfométrica, demonstrou diferenças significantes no percentual de contato osso/implante. Evidenciou três superfícies que mais rapidamente receberam aposição de células ósseas nos períodos avaliados (3 e 6 semanas) foram, respectivamente, a superfície de hidroxiapatita e superfície jateada com areia e atacada com ácido seguido pela já consagrada superfície tratada com plasma de titânio. Concluíram que o percentual de contato entre osso e implante estava diretamente relacionado com aumento da rugosidade da superfície do implante.

Deporter et al. (1986) avaliaram histologicamente a resposta cicatricial inicial após a colocação de implantes de uma liga de titânio com superfície porosa na mandíbula de 6 cães da raça beagle. Dois implantes foram colocados em regiões edêntulas de cada lado da mandíbula de cada cão e cobertos por um retalho de espessura total. Um dos lados da mandíbula cicatrizou por 4 semanas, enquanto o outro lado cicatrizou por 8 semanas antes do sacrifício dos animais. Cortes histológicos foram obtidos e avaliados qualitativamente e por morfometria computadorizada. Todos os 24 implantes, com exceção de um, foram bem tolerados e cicatrizaram com crescimento ósseo variável na geometria da superfície porosa. A medida histomorfométrica revelou que o crescimento ósseo atingiu um grau máximo em 4 semanas de pós-operatório. Baseados nos resultados, afirmaram não haver vantagem em usar um período de cicatrização inicial acima de 4 semanas.

Clemow et al. (1981) examinaram o crescimento de tecido ósseo em uma superfície porosa em implantes de  $Ti_6Al_4V$ . Foram fabricados implantes cilíndricos com 3 diferentes tamanhos de partículas ( $297\mu m$ ,  $420-500\mu m$  e  $595-707\mu m$ ) inseridos em medula femoral de cachorros durante 6 meses. A extensão de tecido ósseo dentro dos poros foi mensurada utilizando microscópio ótico. Foi observado que a quantidade de osso dentro dos poros era inversamente proporcional ao quadrado da raiz do tamanho dos poros, isto é, quanto menor o poro maior foi o crescimento ósseo encontrado.



## 2.6 METALURGIA DO PÓ

Segundo Chiaverini (1982) a Metalurgia do Pó (MP) é o processo de fabricação de peças metálicas que se distingue dos processos metalúrgicos convencionais por:

- utilizar pós-metálicos (eventualmente não metálicos) como matéria prima,
- ausência de fase líquida ou presença parcial durante o processo de fabricação,
- possibilidade de produzir peças com formas definitivas, dentro de tolerâncias muito estreitas sem a necessidade de usinagem posterior ou outra operação de acabamento,
- possibilidade de produzir peças com características estruturais especiais, como de porosidade controlada e características físicas impossíveis de serem obtidas por qualquer outro processo metalúrgico.

Henriques (2005) destaca a MP como um processo mais simples e econômico para a produção de peças com geometrias complexas e próximas ao formato final *near-net shape*, e por ser a única alternativa viável na obtenção de componentes com estrutura porosa, característica muito importante para osseointegração dos implantes dentários.

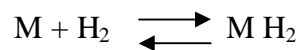
### 2.6.1 Processamento do titânio pela metalurgia do pó

#### **Processo Hidretação – Dehidretação (HDH)**

O titânio e suas ligas possuem alta ductilidade, o que dificulta sua cominuição (quebra em partes menores sob a forma de pó) através do processo de moagem. O processo HDH consiste na fragilização do titânio por ação do hidrogênio como elemento de liga temporário na forma de hidreto (MITKOV e BOŽIĆ, 1996).

Utiliza-se um forno sob alto vácuo na faixa de temperatura de 400 - 700°C com pressões parciais de H<sub>2</sub>, durante um período de 4h (hidretação). Após esta etapa, o metal é moído em um moinho de bolas tipo vibratório sob atmosfera de argônio de alta pureza e obtém-se o pó de hidreto de titânio. Este pó é desgaseificado em vácuo na faixa de temperatura de 650 - 760°C, até a completa remoção do hidrogênio (dehidretação), obtendo-se então pó de titânio sem o hidrogênio.

Segundo Mitkov e Božić (1996) a maioria dos elementos metálicos formam hidretos. Em muitos casos, a reação é simples e direta, consistindo meramente do contato do gás hidrogênio (H<sub>2</sub>) com o metal (M). A reação pode ser descrita assim:



A seta nas duas direções indica que a reação é reversível, sendo o equilíbrio determinado pela pressão do gás hidrogênio. Se a pressão é acima da pressão de equilíbrio, a reação direciona-se para a direita para formar o hidreto, se é abaixo, o hidreto se decompõe em metal e hidrogênio gasoso. Enquanto o hidrogênio gasoso é mantido em contato com o metal formando hidreto, as moléculas de hidrogênio (H<sub>2</sub>) são adsorvidas sobre a superfície do metal. Algumas dessas moléculas dissociam-se em átomos de hidrogênio (H), os quais penetram na rede cristalina do metal ocupando posições específicas no meio dos átomos do metal chamadas de posições intersticiais. Quando toda a fase metálica estiver saturada com hidrogênio a uma pressão e concentração crítica, o metal transforma-se em hidreto metálico. Em muitos hidretos o número de átomos de hidrogênio no cristal será 2 a 3 vezes o número de átomos metálicos (MITKOV e BOŽIĆ, 1996).

### **Tamanho das partículas**

Supati (2000) afirma que para o processo de Moldagem de Pós por Injeção utilizam-se normalmente partículas esféricas para promover fricção interna. Geralmente são usadas partículas menores de 20µm, pois pós esféricos grosseiros propiciam o desmoronamento da peça após a extração dos aglutinantes.

German e Bose (1997) relatam que quanto mais fino o tamanho da partícula do pó, maior é a sua área superficial o qual promove um aumento na energia motriz da massa de pó compactado, reduzindo a sua energia superficial quando aquecido em altas temperaturas.

Gerling et al. (2004) relatam que para o processo MPI, partículas menores de 45 µm são misturadas com polímeros termoplásticos e ceras para formar a mistura para moldagem por injeção.

### **2.6.2 Moldagem de pós metálicos por injeção (MPI)**

O processo MPI é resultante da combinação do processo de moldagem de termoplásticos somado à metalurgia do pó com a vantagem de possuir poucas etapas de processamento utilizando como matéria-prima material reciclado como sucatas de usinagem ou lascas de titânio. É uma das ferramentas para produção de peças de pequena seção e formas complexas com maior expansão de mercado (SCHAEFFER, 1999).

A utilização do processo MPI elimina a fase de tratamento superficial nos implantes usinados, realizada por diversos fabricantes de sistemas de implante. Segundo Schroeder et al. (1994) esta etapa de texturização da superfície encarece o custo final dos implantes, pois envolve processos específicos como aplicação de revestimentos, tratamentos de oxidação anódica, deposição por vapor ou plasma spray, produzida por gases ionizados, empregando um método de aspensão térmica ou pulverização térmica de partículas de titânio em pó.

Este processo requer uma carga injetável (*feedstock*), que é produzida pela mistura de pó metálico com um sistema aglutinante (*binder*) composto normalmente por ceras e polímeros. Esse *feedstock* é injetado em uma matriz metálica a qual molda a carga à forma pretendida gerando a chamada peça “verde”. Este procedimento pode ser realizado em equipamentos de alta ou baixa pressão. Posteriormente realiza-se a extração do *binder* obtendo assim a chamada peça “marrom”. Para finalizar o processo de fabricação realiza-se o tratamento térmico de sinterização onde ocorre a densificação e conseqüentemente é conferida a resistência mecânica à peça (SUPATI et al., 2000).

## **Formação da carga de injeção**

A carga de injeção também chamada de *feedstock* é a mistura de pó metálico de hidreto de titânio com um sistema aglutinante chamado *binder*. A preparação do *feedstock* é uma etapa muito importante no processo MPI. A qualidade da mistura depende do tempo de mistura, temperatura da mistura, seqüência dos materiais a serem adicionados, tamanho e forma das partículas de titânio (SUPATI et al. 2000).

O *binder* é um veículo de transporte do pó para compactação homogênea em uma forma desejada, unindo temporariamente as partículas até o início da sinterização, onde a peça obterá suas características finais. O *binder* composto por cera, lubrificante e polímero, deve preencher todos os espaços entre as partículas e facilitar o deslizamento das mesmas durante o processo de moldagem (GERMAN, BOSE, 1997).

## **O processo de injeção**

Durante o processo de injeção deve-se observar alguns fatores que influenciam na qualidade final do produto como a velocidade de injeção, pressão de injeção na matriz (não pode exceder a capacidade de fechamento da matriz para que não se abra), temperatura da matriz (deverá ser constante para evitar contração da peça durante resfriamento), temperatura das regiões de aquecimento da carga moldável (determina fluidez da carga e correto preenchimento da cavidade da matriz), tempo de manutenção da pressão, tempo de resfriamento (tempo necessário para solidificar na forma desejada e ser extraído sem deformar-se) (MILKE, 2000).

### **2.6.3 Extração dos aglutinantes**

A remoção do sistema aglutinante normalmente é realizada em duas etapas. Detalhes deste procedimento são dados conforme German e Bose (1997). A primeira etapa é a extração química das ceras via solvente e a segunda etapa é a

extração térmica dos polímeros em uma atmosfera inerte controlada de Argônio 5.0 para evitar contaminação com oxigênio ou nitrogênio.

Aglutinantes a base de cera ou componentes de baixo ponto de fusão são os primeiros a serem removidos. Geralmente as ceras são extraídas por solventes, enquanto que os polímeros são removidos por degradação térmica. Assim, os polímeros mantêm as partículas de pó unidas nos estágios iniciais de extração (GERMAN, BOSE, 1997).

### **Extração Química**

Uma etapa crítica do MPI é a remoção dos aglutinantes através de solventes orgânicos condensados. Esta se dá através da imersão das peças verdes em um fluido que dissolve as ceras do sistema aglutinante, na qual estas volatilizam com abertura de poros na estrutura para a subseqüentemente extração por evaporação dos polímeros (GERMAN, BOSE, 1997).

Quando um injetado é colocado em um solvente líquido ou exposto ao seu vapor, o componente solúvel do sistema aglutinante egressa do injetado por difusão através de uma solução aglutinante-solvente. A difusividade do aglutinante depende da mobilidade molecular do solvente que, geralmente, é maior em altas temperaturas e para menores moléculas de solvente.

### **Extração Térmica**

Na extração térmica, os aglutinantes localizados nos poros, evaporam primeiramente na superfície, formando a porosidade superficial da peça. A degradação do aglutinante continua até sua totalidade para o interior da peça resultando em poros cada vez menores. O tempo de extração será determinado pela permeabilidade da mistura, pois partículas rugosas têm uma área superficial maior, contribuindo para uma maior resistência ao fluxo de saída do aglutinante (GERMAN, BOSE, 1997).

### 2.6.5 Sinterização

Segundo German e Bose (1997) a sinterização é um tratamento térmico que promove a integridade estrutural à peça “marrom”. Essa densificação ocorre em uma temperatura próxima ao ponto de fusão do metal. O aumento da união entre as partículas ocorre devido ao movimento atômico estimulado pelas altas temperaturas, fortalece os contatos entre as partículas e altera a geometria dos poros. Quanto mais próximo da temperatura de fusão, mais rápida ocorrerá a sinterização. Observa-se esta etapa no esquema abaixo. (Figura 5)

Na sinterização, as características finais da peça, tais como resistência mecânica, dureza, porosidade, resistência à corrosão, tensão de escoamento, entre outras são definidas. As ligações formadas durante este processo promovem o aumento de resistência e uma diminuição da energia livre do sistema e contração macroscópica da peça (GERMAN, BOSE, 1997).

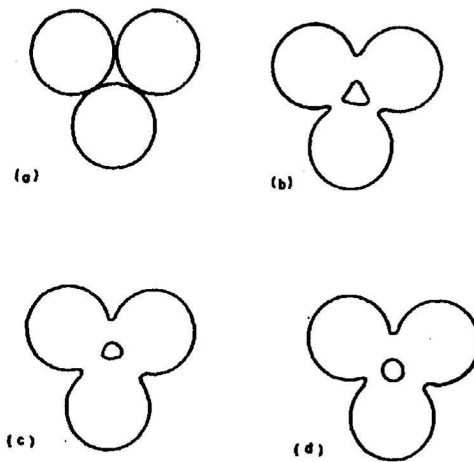


Figura 5 - Etapas do processo de sinterização:

(a) pontos originais de contato; (b) fortalecimento entre as partículas; (c) e (d) arredondamento dos poros.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 ETAPAS DA FABRICAÇÃO E ANÁLISE METALÚRGICA DOS PROTÓTIPOS POROSOS

- Produção do pó de titânio pelo processo hidratação-deidratação (HDH)
- Obtenção da carga injeção (*feedstock*);
- Processo de Injeção/ Moldagem;
- Extração dos aglutinantes (*Debinding*);
- Sinterização;
- Ensaio de Dureza;
- Cálculo da Porosidade;
- Cálculo do tamanho médio dos poros;

Os equipamentos utilizados neste estudo estão nas dependências do Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM) do Centro de Tecnologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS):

- Forno de alto vácuo ( $10^{-6}$  mbar);
- Forno tubular de atmosfera controlada;
- Moinho de bolas;
- Separador granulométrico;
- Máquina injetora ARBURG® ALLROUNDER 220-S;
- Moinho de facas Seibt;
- Banho Termostático.

### 3.1.1 Produção do pó de titânio pelo processo hidretação-dehidretação (HDH)

A matéria-prima utilizada foi o hidreto de titânio ( $TiH_2$ ). Para produção de pó de titânio utilizou-se sucata de titânio, empregando-se o processo de Hidretação – Dehidretação (HDH). Este processo consiste na fragilização do material metálico pela ação do hidrogênio intersticial, formando hidretos de titânio altamente frágeis, os quais são facilmente reduzidos a pó (granulometria em torno de  $20\mu m$ ) em moinhos de baixa rotação. Neste processo o hidrogênio é adicionado à sucata de titânio em um meio com atmosfera controlada, sendo esta de alto vácuo. Utiliza-se hidrogênio como elemento de liga temporário em metalurgia do pó permitindo uma produção de pós de alta qualidade pelo método de HDH. Na figura 6 pode-se observar o forno utilizado para confecção do pó de hidreto de titânio do LdTM.

O processo de aquecimento para hidretação iniciou com pressão de  $2 \cdot 10^{-5}$  mbar, obtida por uma bomba difusora da marca EDWARDS<sup>®</sup>, no forno de alto vácuo. Quando o processo atingiu a temperatura de  $800^\circ C$ , substituiu-se a atmosfera por hidrogênio gasoso (99,99% em peso) injetado no sistema até atingir 800 mbar. Aqueceu-se até atingir a temperatura de  $1250^\circ C$  para saturar a rede cristalina do metal com hidrogênio, formando hidreto de titânio extremamente frágil de fácil cominuição em moinhos de baixa energia. A pressão de 800 mbar foi mantida durante o resfriamento com adição de hidrogênio gasoso.



Figura 6 – Forno HDH de alto vácuo



O pó de hidreto de titânio obtido foi colocado em um moinho de bolas (CILAS 1064) com tempo de moagem de 8 horas a uma rotação de 35 rpm. A seleção granulométrica do pó foi realizada em um separador granulométrico com conjunto de peneiras (100 a 325 mesh).

A morfologia do pó de hidreto de titânio é tipicamente acicular, obtendo-se com facilidade granulometria fina, da ordem de 20 $\mu$ m de alta sinterabilidade, para garantir a retenção da forma da peça injetada. Nesta pesquisa, foram selecionados apenas partículas com tamanho máximo de 45 $\mu$ m, sendo que 80% da massa do pó utilizado continha partículas de tamanho médio de 30  $\mu$ m. Os componentes produzidos por MPI têm sua porosidade relacionada à granulometria do pó utilizado, ou seja, os parafusos devem ter porosidade para que facilitem a osseointegração, desde que essa porosidade não seja maior que 5%.

### 3.1.2 Obtenção da carga de injeção (*FEEDSTOCK*)

A mistura do pó com o sistema aglutinante foi realizada no misturador marca Werner e Pfleiderer aquecido a óleo (190°C), por aproximadamente 2 horas, tempo necessário para homogeneização da mesma. Após resfriada, esta carga foi levada ao moinho de facas marca Seibt para o *feedstock* tornar-se pelotizado e pronto para ser injetado.

A composição do *feedstock* empregado pode ser observada na tabela 3.

**Tabela 3**

Composição do *feedstock*.

Componente	Proporção (% em massa)
Hidreto de titânio	85,00
Polipropileno	5,25
Acido Esteárico	0,45
Parafina	9,30
Total	100,00

### 3.1.3 Processo de injeção/ moldagem

#### Geometria do protótipo de implante

A escolha da geometria do protótipo foi baseada em parafusos semelhantes aos utilizados em miniplacas de Champy<sup>®</sup>. Esta forma apresenta maior superfície de contato com o tecido ósseo e proporciona estabilidade primária favorecendo a cicatrização. As dimensões e a geometria estão na figura 7.

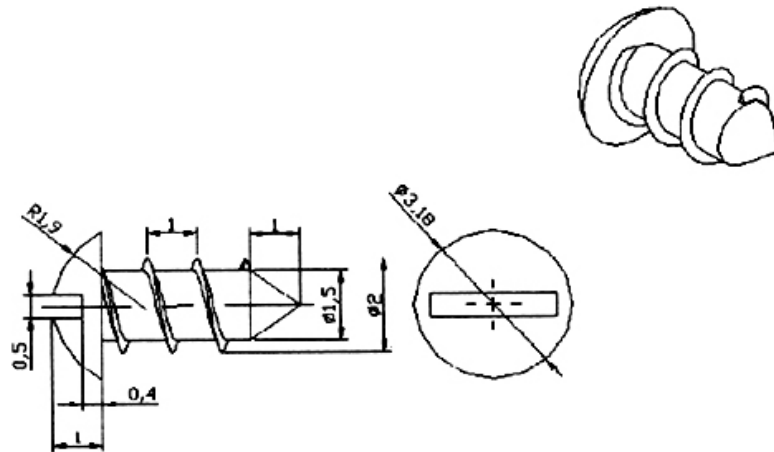


Figura 7 – Dimensões e geometria do protótipo de implante.

A partir da definição geométrica do protótipo, confeccionou-se uma matriz para injeção do *feedstock*, elaborada a partir de duas barras retangulares com dimensões de 2,5 x 10 x 80mm cada uma, nas quais foram preparadas seis cavidades em forma de hemi-parafuso, além de um canal de injeção (figura 8).

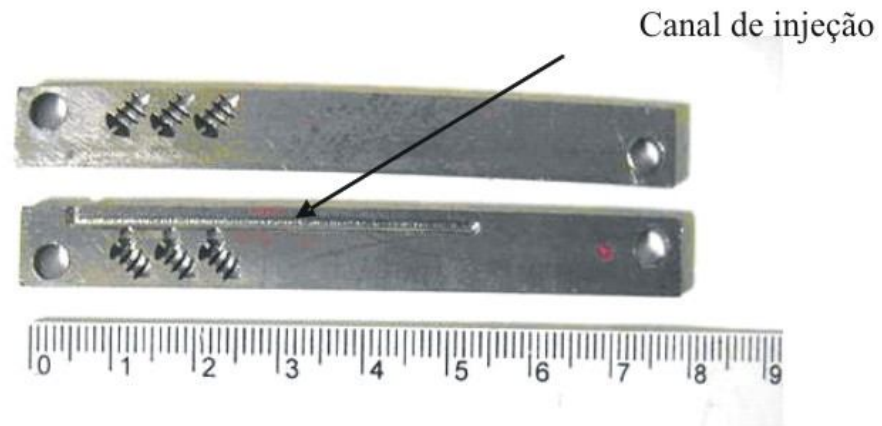


Figura 8 – Matriz utilizada para injeção do *feedstock*.

A matriz, com suas 2 barras encaixadas uma sobre a outra, foi introduzida no porta-molde (figura 9) da injetora de alta pressão marca ARBURG ALLROUNDER 220S<sup>®</sup>. Este equipamento permite trabalhar a uma pressão máxima de injeção 250 Mpa, temperatura máxima de 350°C e volume máximo de injeção 30 cm<sup>3</sup> (figura 10). As setas mostram a cavidade onde a matriz foi colocada para injeção do *feedstock* e o canal de injeção.

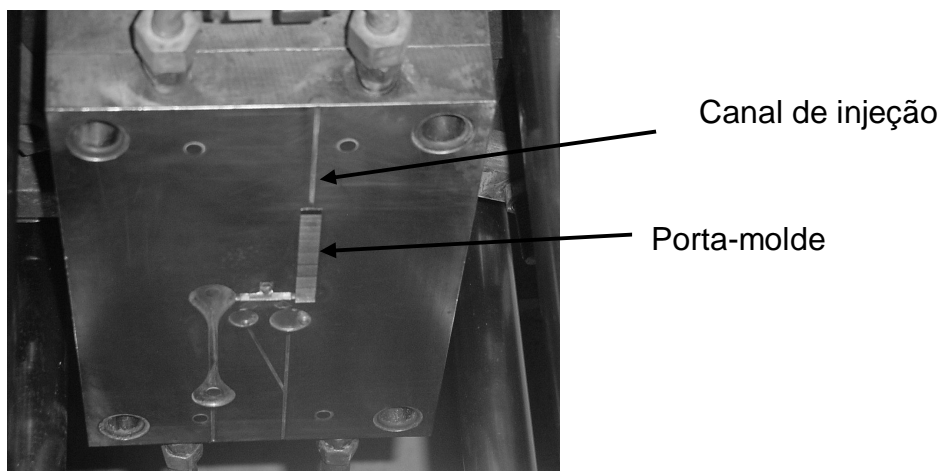


Figura 9 – Região do porta-molde onde se inseriu a matriz.



Figura 10 - Injetora de alta pressão ARBURG® modelo ALLROUNDER 220S

O *feedstock* produzido no Laboratório de Transformação Mecânica foi injetado observando-se os parâmetros apresentados na tabela 4.

**Tabela 4**

Parâmetros de injeção

Parâmetros	Grandeza
Pressão	150Mpa
Pressão de Recalque	120Mpa
Contra – Pressão	0Mpa
Fluxo de dosagem	15cm <sup>3</sup> /s
Fluxo	35cm <sup>3</sup> /s
Tempo Resfriamento	15s
Temperatura de injeção	170°C
Temperatura do molde	150°C

### 3.1.4 Extração dos aglutinantes (*DEBINDING*)

A remoção do sistema aglutinante foi realizada em duas etapas:

- extração química das ceras via solvente,
- extração térmica dos polímeros em uma atmosfera inerte controlada de Argônio 5.0 para evitar contaminação com oxigênio ou nitrogênio.

#### **Extração Química**

A retirada de aglutinantes na fase de extração química foi realizada pela imersão das peças verdes em solvente hexano a 60°C em banho termostático. Esta temperatura foi escolhida, pois acima teria-se a ebulição do hexano (69°C) a qual causaria distorções nas peças. Nesta etapa, as peças perderam aproximadamente 10% de sua massa em relação à peça injetada (peça verde).

#### **Extração Térmica**

A curva de extração térmica de aglutinantes (figura 11) leva em consideração as temperaturas de degradação térmica dos polímeros baseadas na curva “análise termogravimétrica (TGA)”. No mesmo ciclo da extração térmica foi realizada a sinterização das peças.

### 3.1.5 Sinterização

Observa-se na figura 11 a curva de extração térmica e sinterização, respectivamente, onde o patamar de 432°C refere-se à extração do polipropileno (PP) e o de 500°C indica o procedimento de desidratação do titânio. As temperaturas acima de 500°C estão relacionadas com a sinterização (700°C pré-sinterização e 1300°C sinterização). A taxa de aquecimento imposta ao ciclo é de 2°C/min, e cada patamar teve uma hora de duração perfazendo um total de aproximadamente 15 horas, sem considerar o tempo de resfriamento (em torno de 6 horas).

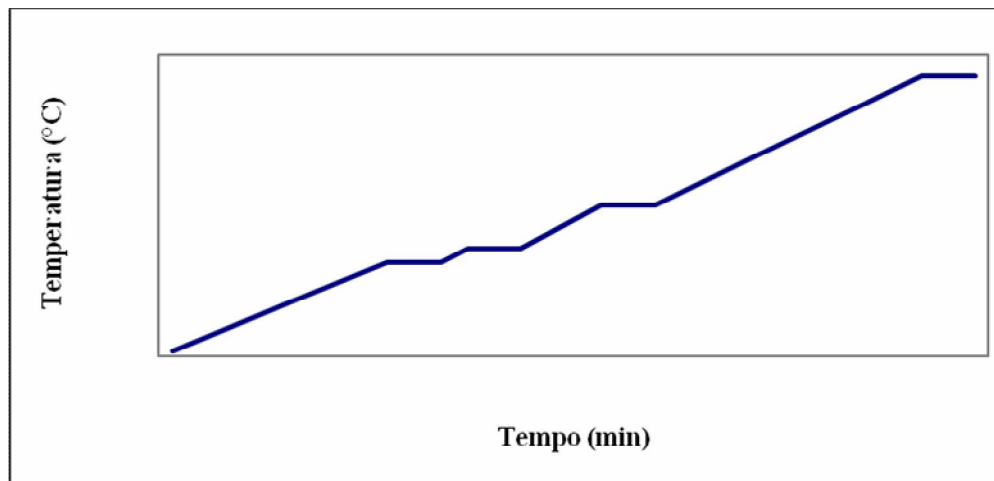


Figura 11 – Gráfico exibe a curva de extração térmica e sinterização

As etapas do processo de produção das peças de titânio por MPI podem ser visualizadas no fluxograma da figura 12.

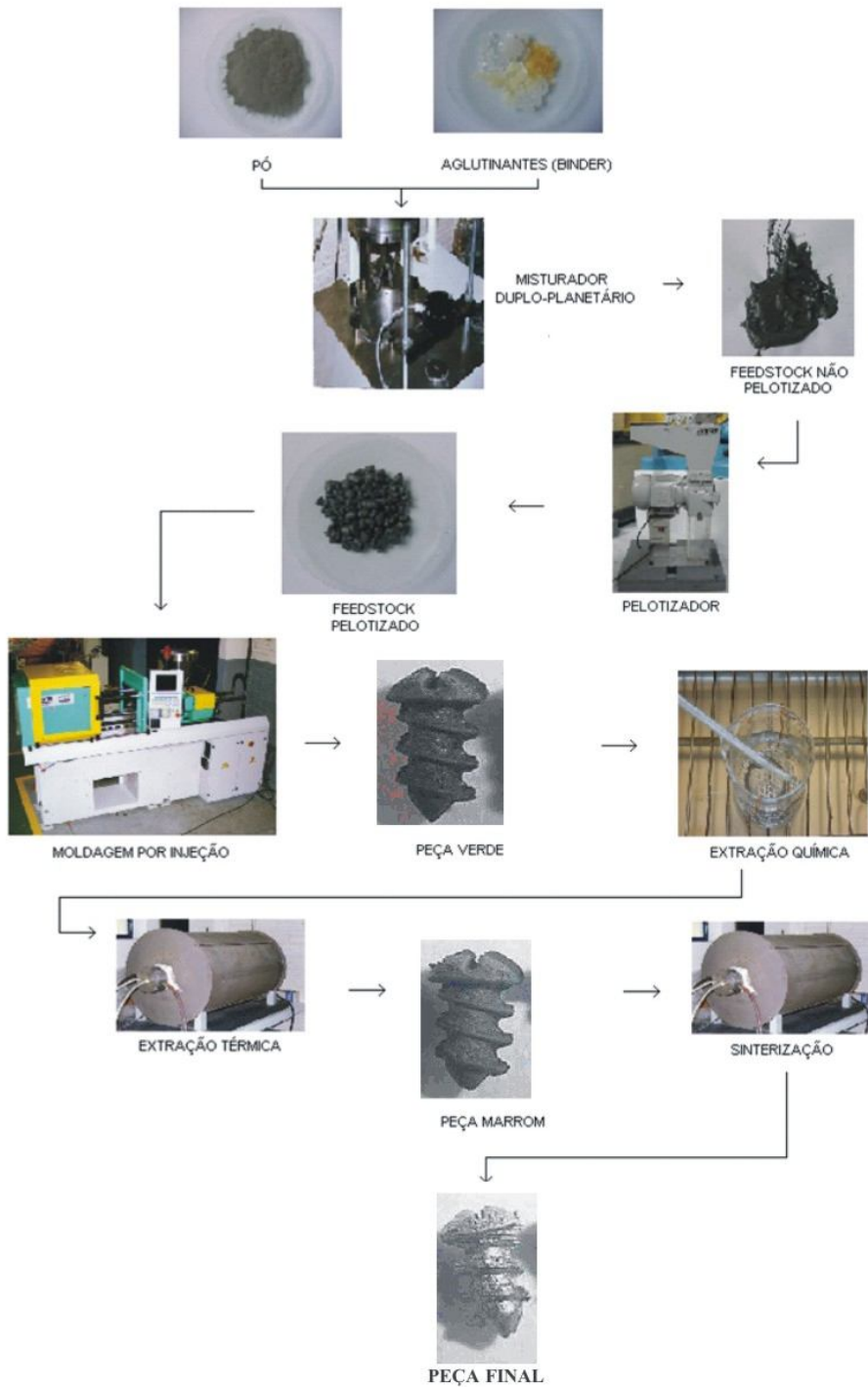


Figura 12 - Fluxograma esquemático do processo MPI.

### 3.1.6 Ensaio de microdureza

A dureza de um material é a resistência que ele oferece à penetração de um corpo duro. Para avaliação da qualidade das propriedades mecânicas obtidas nos protótipos porosos, realizaram-se ensaios de dureza com seus resultados expressos na escala Vickers. As medidas de dureza foram realizadas num microdurômetro marca Strüers com carga de 500gf (AMIGÓ et al. 2003).

O sistema Vickers é o mais versátil podendo ser usado para qualquer material, temperado ou não, graças às cargas que são proporcionais ao material ensaiado para que se possam marcar as impressões, segundo Garcia et al. (2000).

### 3.1.7 Cálculo da porosidade

A porosidade da peça sinterizada é uma característica inerente ao processo MPI. A porosidade é a razão entre a densidade do material sinterizado e a densidade do material maciço. A porosidade foi determinada de acordo com a fórmula  $(1-d_p/d_m) \times 100\%$  onde  $d_p$  é a densidade da peça porosa e  $d_m$  a densidade da peça maciça. A densidade do titânio considerada foi de  $4,51\text{g/cm}^3$ , conforme Donachie (1989). Para o cálculo da densidade obteve-se a massa e o volume do componente. Para obtenção da massa utilizou-se uma balança de precisão marca Explorer OHAUS e para o cálculo do volume, Princípio de Arquimedes. Utilizou-se um béquer com água (densidade igual a  $1\text{g/cm}^3$ ) onde a peça foi imersa cuidadosamente. O aumento de massa registrado correspondeu ao volume da peça imersa.

### 3.1.8 Cálculo do tamanho médio dos poros

O tamanho médio dos poros foi analisado pela técnica de imagem digital com o programa IMAGE TOOL. Foram realizadas duas medidas: altura e largura em um plano bidimensional (Figura 13). A régua foi calibrada conforme a escala da imagem,



neste caso 100 $\mu$ m. O mesmo examinador mediu um grupo de 30 poros aleatórios 3 vezes. Foi obtida uma média do tamanho dos poros da superfície da peça.

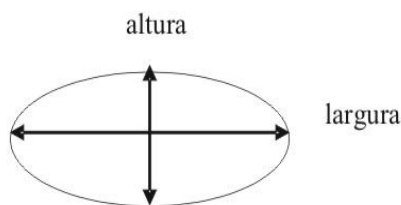


Figura 13 – Esquema das dimensões mensuradas nos poros

### 3.2 Produção dos protótipos usinados

Para realizar análise histomorfométrica comparativa com os protótipos porosos foram confeccionados 20 protótipos de superfície “lisa” pelo processo convencional de usinagem em um torno. Foram utilizados como matéria-prima lingotes de Ti cp maciço. Após a usinagem os implantes foram submetidos a uma série de procedimentos que incluem protocolos de limpeza e passivação.

Os procedimentos de limpeza têm por objetivo eliminar resíduos orgânicos e inorgânicos, sujeiras, lubrificantes, crostas, óxidos (contaminantes) depositados sobre a superfície e dessa forma obter superfícies altamente reativas e com características aceitáveis para o uso cirúrgico.

### 3.3 Esterilização

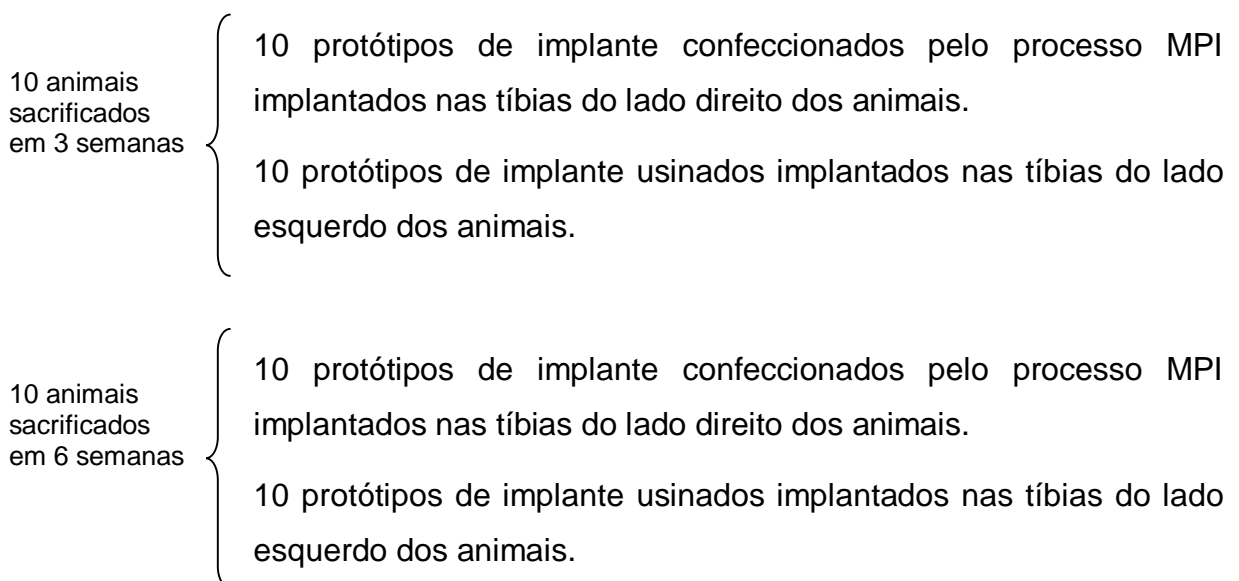
Os 40 protótipos foram esterilizados em óxido de etileno, segundo o regulamento da portaria Interministerial nº 482 de 16/04/99, a qual pode ser obtida no site da ANVISA, juntamente com o Regulamento Técnico e seus Anexos: [http://www.anvisa.gov.br/legis/portarias/482\\_99.htm](http://www.anvisa.gov.br/legis/portarias/482_99.htm)

### 3.4 ETAPAS DA FASE EXPERIMENTAL

- Amostra
- Cálculo da amostra
- Técnica cirúrgica
- Sacrifício dos animais e preparo das peças
- Análise histomorfométrica das peças
- Análise estatística

#### 3.4.1 Amostra

Foram utilizados 20 ratos Wistar adultos machos (3 meses de idade e média de 300g) divididos em dois grupos de 10 animais nos quais foram implantadas 40 peças. Cada animal recebeu duas peças diferentes: um protótipo de implante obtido pelo processo MPI na tíbia direita e um protótipo usinado na tíbia esquerda. Os animais foram mantidos a uma temperatura de 24 – 25°C sob dieta *ad libitum*. O tempo de cicatrização foi de 3 e 6 semanas para cada grupo.



### 3.4.2 Cálculo da amostra

A amostra foi calculada baseada em dados obtidos por Ayukawa et al. (2004). Em experimento utilizando implante de titânio em tibia de ratos o percentual total de osseointegração (osso compacto + osso esponjoso) foi de  $31,7 \pm 2,6\%$ . O cálculo de amostra foi feito usando a seguinte fórmula:

$$N = \frac{(A + B)^2 \times 2 \times SD^2}{MDC^2}$$

- Onde A = depende do nível de significância desejado, no presente estudo estipulado em 5%
- Onde B = depende do poder desejado neste caso estipulado em 95%
- Onde MDC = mudança mínima detectável aqui estipulado em 5%
- Onde SD = desvio padrão

O resultado final considerando os parâmetros acima descritos estipulou como 7 o número de animais necessários ao estudo. Como o procedimento de anestesia e cirurgia, bem como intercorrências pós-operatórias podem ocasionar morte de animais durante o experimento, ao número de animais estimado, 7, foram acrescentados 3 animais configurando então um número de 10 animais em cada grupo compondo a amostra.

### 3.4.3 Técnica cirúrgica

Os animais foram submetidos à anestesia intramuscular com 10mg/kg de Ketalar® e 0,1mg/kg de Rompun® para implantação dos protótipos de titânio nas tíbias.

A seguir realizou-se a tricotomia da região escolhida da tíbia do animal. (figura 14). A assepsia da área foi executada com álcool iodado.



Figura 14 - Tricotomia da região a ser operada.

Após realizada a incisão na pele com lâmina de bisturi nº 15 de aproximadamente 8 cm, em sentido longitudinal à tíbia ultrapassando a pele, o tecido muscular e periósteo foram afastados para expor o tecido ósseo (figuras 15 A e B).

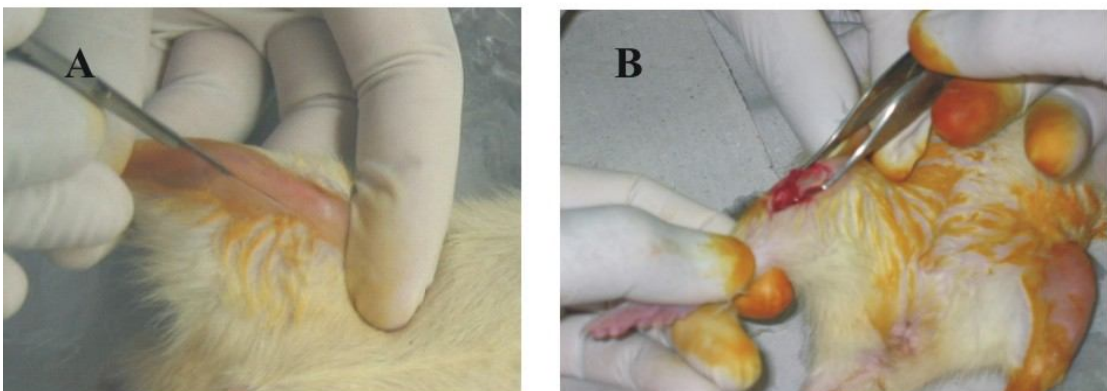


Figura 15 A - Incisão na tíbia direita. B - Exposição da tíbia



Figura 16 – Perfuração na região proximal da tíbia

Na figura 16 observa-se o leito onde foi realizada a perfuração na porção proximal da tíbia com uma broca lança seguida de uma broca cilíndrica de 2mm de diâmetro, ambas da marca NEODENT<sup>®</sup>, em baixa rotação (250 rpm), sob irrigação constante com soro fisiológico, como preconiza a técnica cirúrgica. A cavidade obtida para receber os protótipos pode ser visualizada na figura 17.

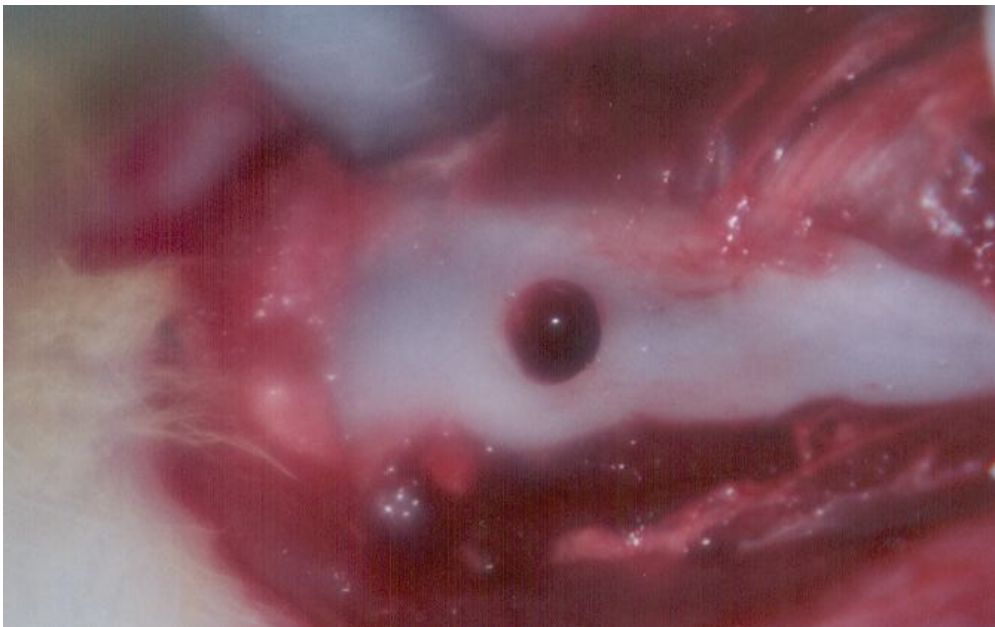


Figura 17 – Sítio cirúrgico

Os parafusos foram posicionados com auxílio de uma pinça de titânio e uma chave de fenda e assim, rosqueados para o interior da cavidade. As figuras 18 e 19 mostram os protótipos implantados.



Figura 18 – Protótipo poroso implantado na tíbia direita.

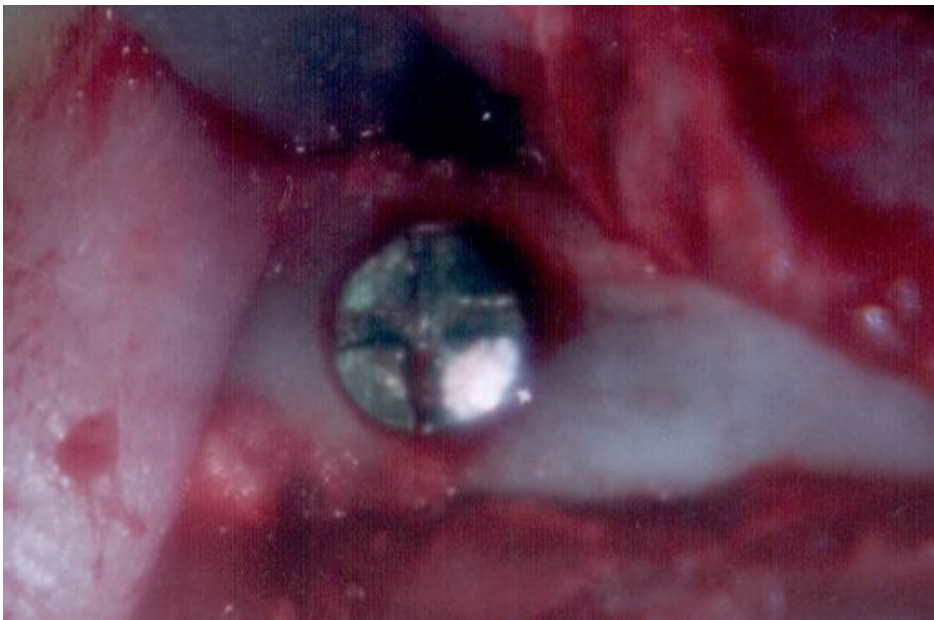


Figura 19 – Protótipo usinado implantado na tíbia esquerda

Após a inserção, o retalho foi readaptado ao leito e suturado com fio de nylon 4-0 agulhado e logo após foi administrado 0,1ml de Dexametasona e 0,1 ml de Terramicina intramuscular (figura 20), 1 vez ao dia, durante 7 dias. Os animais foram mantidos no Centro de Reprodução e Experimentação de Animais de Laboratório (CREAL) da UFRGS em condições de dieta *ad libitum*.

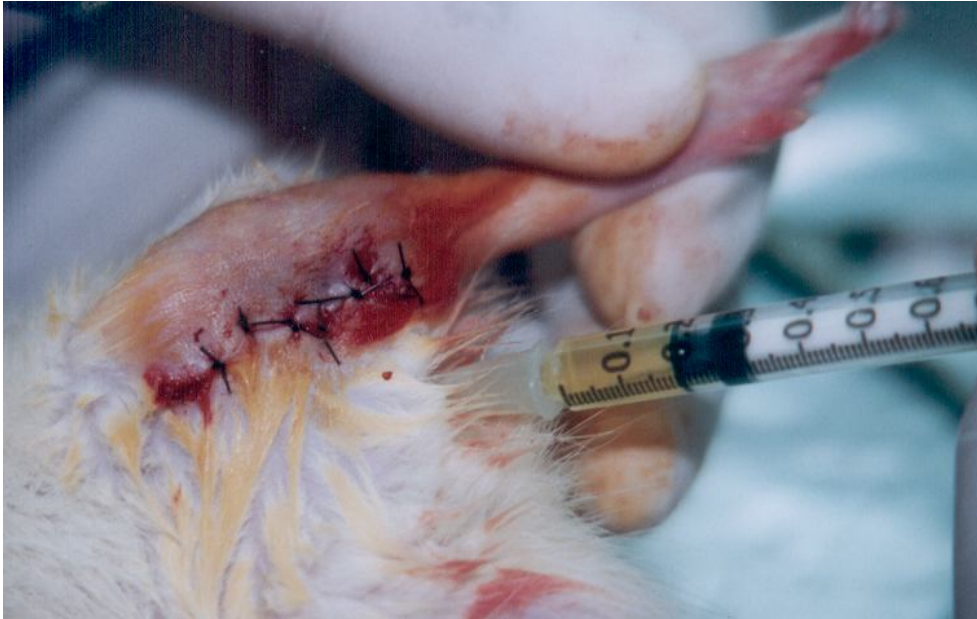


Figura 20 – Sutura e medicação pós-operatória antibiótica

A figura 21 representa, através de um esquema em corte longitudinal da tíbia, a posição do protótipo após a cirurgia.

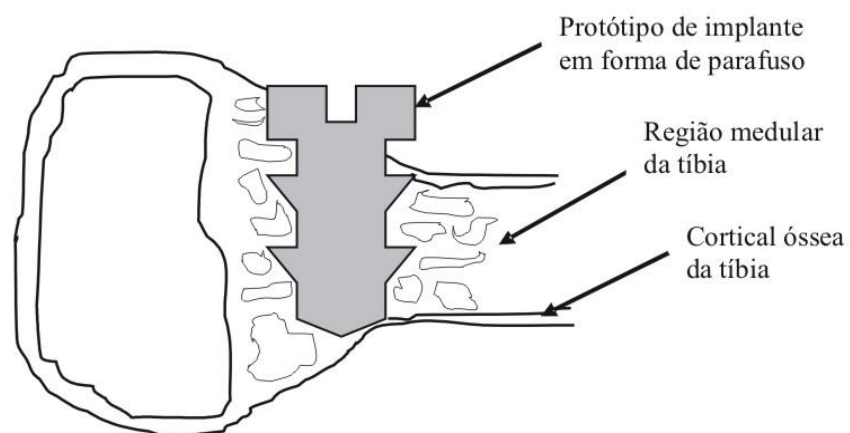


Figura 21 – Esquema de um protótipo após a cirurgia

#### **3.4.4 Sacrifício dos animais e preparo das peças**

Após três e seis semanas, os animais foram submetidos à eutanásia por decapitação. Em seguida, em cada tíbia, realizou-se uma incisão através da pele e da camada muscular para que o protótipo fosse encontrado. Logo que a peça foi identificada, observou-se clinicamente se havia fixação entre o protótipo e a estrutura óssea. Ambas as tíbias foram removidas, dissecadas e radiografadas para conferência do posicionamento do implante e suas porções proximais embebidas em resina acrílica formando blocos. Estes foram cortados em mesa milimetrada (Padilha e Hames, 1998) dividindo o implante longitudinalmente em sua porção média. Os segmentos obtidos foram polidos com lixas de 8 µm, posteriormente submetidos a uma limpeza em um aparelho de ultra-som por 20 minutos, e após corados com azul de toluidina para evidenciar tecido ósseo neoformado.

#### **3.4.5 Análise das peças**

As peças foram analisadas utilizando-se uma lupa estereoscópica, em aumento de 35x, na qual acoplou-se uma câmera digital para serem fotografadas. Todas as imagens obtidas foram armazenadas no computador para que pudessem ser realizadas as mensurações das zonas de contato de osso ao redor dos implantes. A mensuração foi realizada com auxílio do programa IMAGE TOOL onde foi determinado o percentual de osseointegração considerado como a interface de contato íntimo osso-implante baseado na seguinte fórmula:

**Zona de contato x 100**

**Perímetro total**



As interfaces de contato osso-implante foram medidas por um mesmo examinador cegado. O perímetro total considerado foi a soma de  $A + B + C$ . A figura 22 representa um corte longitudinal do protótipo fixo à cortical superior e à região medular.

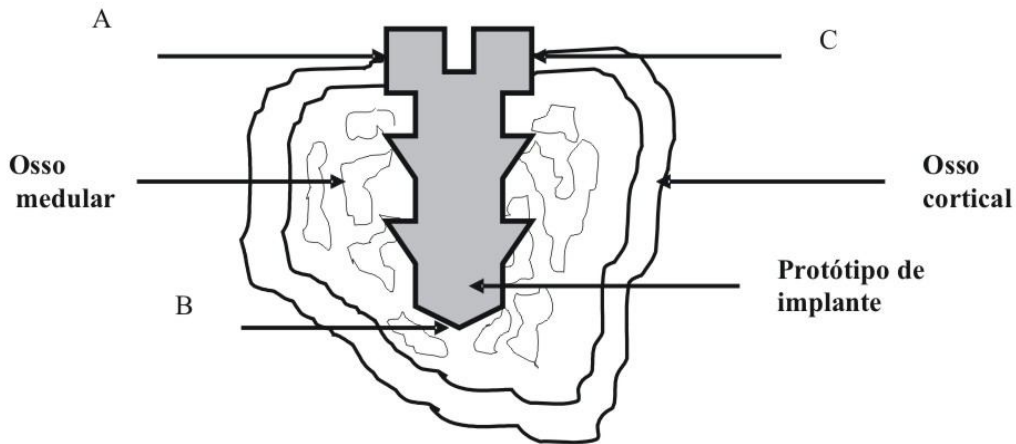


Figura 22 – Esquema de corte longitudinal do protótipo implantado

A figura 23 representa um corte transversal da tíbia e do protótipo implantado fixo nas duas corticais e na região medular. O perímetro total considerado neste exemplo também foi a soma de  $A + B + C$ .

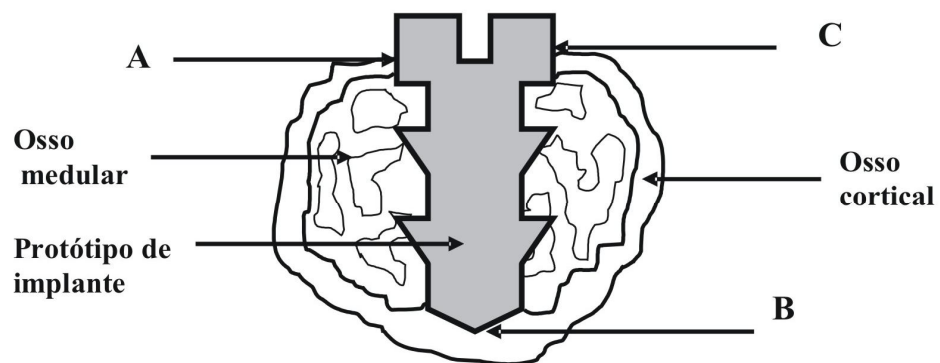


Figura 23 - Esquema do protótipo implantado com fixação bicortical

### 3.4.6 Análise estatística

Para análise estatística da diferença entre duas médias foi aplicado o teste t de *student* com nível de significância a 5% ( $p < 0,05$ ). A análise intraexaminador, baseada em Bland e Altman (1986), foi realizada através da duplicidade de medida de todas as peças com intervalo de 1 semana entre as medições. As médias do percentual de tecido ósseo em contato com a superfície metálica obtidas dos grupos de 3 semanas foram comparadas entre si estatisticamente, assim como as médias dos grupos de 6 semanas.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 PROTÓTIPOS OBTIDOS PELO PROCESSO MPI

Embora o titânio seja consagrado como biomaterial, pesquisa-se exaustivamente novas técnicas de tratamento para modificar a superfície dos implantes como alternativas para acelerar o processo de osseointegração na fase inicial de cicatrização e conseqüentemente proporcionar uma rígida fixação do metal ao osso.

Seguindo este princípio, a metodologia de injeção de pós-metálicos desenvolvida neste trabalho foi baseada nos estudos de Brème et al. (1989) e Gálio (2004) a fim de constituir uma alternativa competitiva quando comparado aos processos convencionais de fabricação.

O processo MPI demonstrou a possibilidade da produção de peças de titânio com a tecnologia do pó. Possui como principal característica a obtenção de peças naturalmente porosas, não havendo necessidade de tratar ou revestir a superfície após a usinagem, como nas técnicas relatadas por Teixeira (2001) e Maeztu et al. (2003).

Durante o processo MPI obtiveram-se três tipos de peças: peça verde (após a injeção) peça frágil na qual o polímero contido no *binder* oferece a resistência mecânica da peça; peça marrom (após a extração do *binder*) extremamente frágil, evita-se seu manuseio; e peça final (peça sinterizada).

Variações de massa e contração no tamanho da peça são características do processo MPI. A figura 24 mostra essa variação entre as três etapas do processo comparando com uma peça usinada. A relação da variação de massa e tempo para realização da extração química pode ser observada na figura 25. Considerando que o *feedstock* é composto por aproximadamente 10% de cera e lubrificante, a perda de massa na extração química está dentro da faixa esperada.

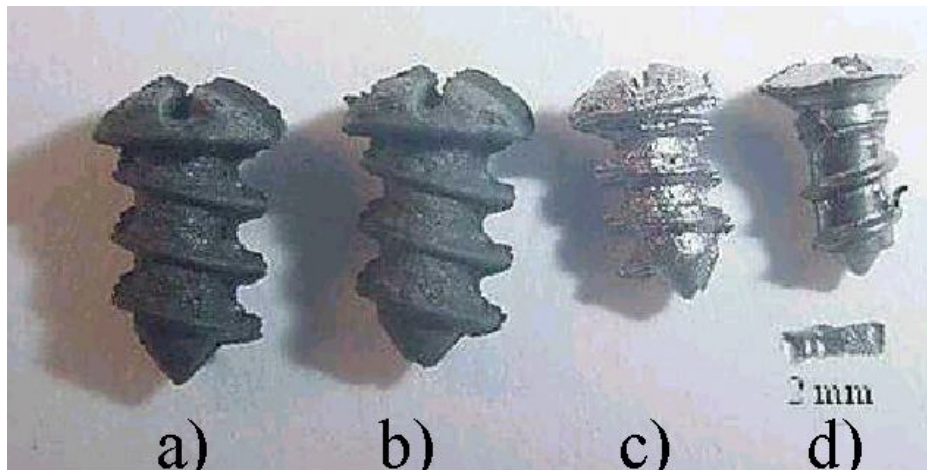


Figura 24 – Sequência dos protótipos:

(a) peça verde, (b) peça marrom (c) peça sinterizada e (d) peça usinada.

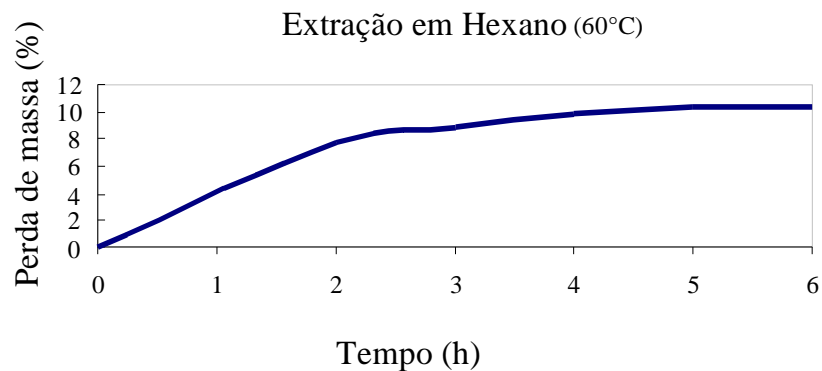


Figura 25 – Gráfico exibe o percentual de perda de massa em relação ao tempo durante a fase de extração química da peça.

## 4.2 ANÁLISE DO ENSAIO DE MICRODUREZA

Para tal ensaio foram utilizados três protótipos porosos, onde os resultados foram expressos por um perfil de dureza média, apresentado na figura 26. Este perfil foi obtido através de um corte radial no parafuso e os pontos de coleta de dados tiveram como referência “0” o centro do parafuso na sua região mediana.

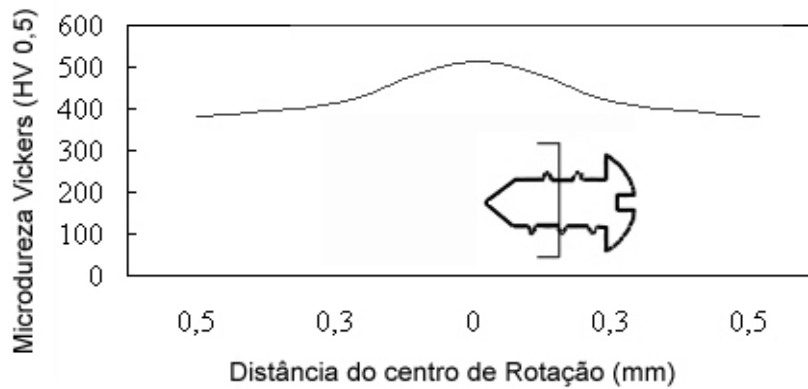


Figura 26 – Distribuição dos valores de microdureza mensurados nos protótipos a partir do centro do parafuso.

Na tabela 5 pode-se observar os dados coletados nas três amostras ensaiadas, considerando que a microdureza da amostra variou em relação ao seu eixo de rotação.

**Tabela 5**

Valores (em Vickers<sub>0,5</sub>) do ensaio de microdureza das amostras por ponto de coleta.

Ponto (mm)	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Média	Desvio Padrão
0,5	370,9	341,6	381,5	364,6	16,9
0,3	410,9	418	409,2	412,7	3,8
0	518,2	508,5	508,5	511,7	4,6
0,3	416,2	419,7	432,5	422,8	7,0
0,5	345,6	366,5	369,4	360,5	10,6

Observou-se nos protótipos do processo MPI que os valores de microdureza ficaram entre 518,2 MHV e 341,6 MHV. O sistema de aglutinantes que origina a carga de moldagem utiliza componentes orgânicos que possuem oxigênio e carbono em sua composição química, portanto uma faixa de decréscimo da dureza, neste caso, é justificável, pois durante o processo de extração há possibilidade do oxigênio difundir-se nas partículas de pó de titânio. Outro fator importante que faz com que a dureza decresça nas extremidades e eleve o desvio padrão da dureza na superfície em relação ao centro da peça é a porosidade, resultante da extração química e térmica dos aglutinantes.

### **4.3 RESULTADOS CLÍNICOS**

A recuperação dos 20 animais utilizados neste estudo foi satisfatória durante o período pós-operatório de três e seis semanas. Obteve-se estabilidade mecânica primária na maioria dos protótipos provavelmente causada pela característica geométrica da peça favorecendo a fixação eficaz nas corticais das tíbias e conseqüentemente a osseointegração. Simmons et al. (1999) também relatam que a geometria do implante pode ter influenciado a resposta cicatricial inicial do tecido ósseo em relação ao metal em termos de estabilidade primária.

Ao final do experimento os 40 protótipos estavam fixos às tíbias e apresentaram estabilidade mecânica secundária. Oliveira et al. (2002) relacionam a eficaz fixação do implante ao tecido ósseo não somente à característica geométrica, mas também ao rigor técnico desde a produção, processo de esterilização e inserção dos protótipos no leito cirúrgico.

### **4.4 ANÁLISE HISTOMORFOMÉTRICA**

No presente estudo, o grupo de animais que permaneceu três semanas com os protótipos do processo MPI implantados, apresentou valores percentuais de contato osso-implante variando de 69,85 a 98,4%. O grupo dos animais com protótipos usinados apresentou valores entre 20,87 e 83,05%. Os animais que permaneceram seis semanas com protótipos do processo MPI mostraram índices de osseointegração entre 20,64 e 96,42% e os com protótipos usinados, 53,37 a 91,06%. A tabela 6 apresenta os valores do perímetro medido em percentuais dos 4 grupos.

**Tabela 6**

Valores em porcentagem (%) do perímetro medido do contato osso-implante de todos os protótipos.

n°. de implantes	3 semanas usinado	3 semanas poroso	6 semanas usinado	6 semanas poroso
1	26,02	79,88	58,18	84,3
2	77,5	88,79	56,05	71,25
3	27,78	69,85	57,56	68,15
4	20,87	79,72	74,4	20,64
5	82,27	97,8	88,81	55,31
6	64,27	93,11	76,36	77,4
7	53,69	72,53	91,06	96,42
8	83,05	98,4	82,13	50,98
9	53	81,91	89,05	84,6
10	69,88	76,72	53,37	61,05
Média	55,83	83,87	72,69	67,01
SD	23,77	10,15	15,12	21,55
p	0,020		0,671	

O grupo dos animais com os protótipos do processo MPI obteve média de 83,37% de contato osso-implante enquanto que o grupo com os de superfície usinada, 55,83% no período de três semanas. Após seis semanas de cicatrização, estes índices se aproximaram. O grupo de animais com os protótipos do processo MPI obteve média de 67,01% de contato osso-implante, e o grupo com os protótipos usinados, 72,69% conforme pode ser observado no Gráfico da figura 27.

Distribuição das médias dos percentuais de osso em contato com a margem do protótipo de implante dos grupos de 3 e 6 semanas

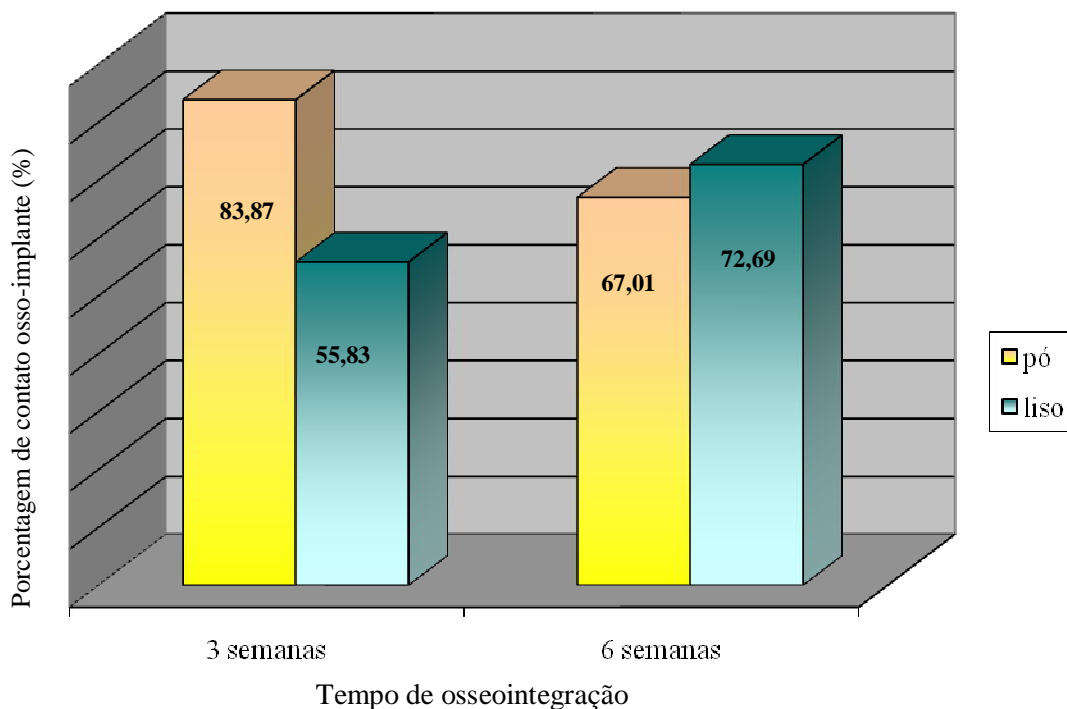


Figura 27 – Gráfico exibe o percentual de osseointegração nos animais dos grupos de três e seis semanas.

A avaliação dos índices de osseointegração dos diferentes tipos de superfície mostrou que o grupo de animais com os protótipos do processo MPI que permaneceram três semanas implantados obteve um resultado significativamente melhor sobre o grupo dos animais com os protótipos usinados de três semanas. Este resultado pode ser atribuído ao fato da superfície porosa conter uma área de contato superior a da superfície usinada e estimular a proliferação celular. Já no grupo de seis semanas, as diferenças dos índices de osseointegração não foram significativas. Do ponto de vista da osseointegração, o processo de confecção de peças de titânio pelo MPI apresentou índices confiáveis.

Os resultados deste estudo, em relação aos percentuais de osseointegração, são compatíveis com as afirmações de Albrektsson e Jacobsson (1987) os quais sugeriram que após seis semanas da colocação do implante, a interface osso-implante deveria variar entre 27 a 69%, com média de 53%. Confere com Wilke et al. (1990) que relatam existir um consenso considerando bem sucedidos os implantes que apresentam de 25 a 75% de contato osso/implante.



Anselme e Bigerelle (2005), Buser et al. (1998), Buser et al. (1991), investigaram através de experimentos *in vivo* a resposta do tecido ósseo circundante ao implante de titânio com diferentes rugosidades superficiais. Concluíram que a porcentagem de osso em contato direto com implante está relacionada com o aumento da rugosidade superficial. Os resultados do presente trabalho estão de acordo com estes achados.

Pilliar et al. (1986) também obtiveram uma cicatrização inicial mais rápida em implantes de titânio porosos comparados com implantes sem revestimento, e observaram que a porosidade permitiu a formação óssea dentro dos poros. Acredita-se que a fundamentação teórica para este resultado baseia-se no aumento da área de contato com osso.

Os trabalhos de Rosa e Beloti (2003), Martin et al. (1995) e Wong et al. (1995) evidenciaram o papel relevante da superfície sobre atividade celular e cicatrização tecidual. Mostraram que a superfície modificada tem afetado a proliferação e diferenciação celular, a produção de proteínas e fatores de crescimento *in vitro*. Estes resultados sugerem que esta superfície irregular obtida pelo processo MPI pode ter influenciado a atividade celular e acelerado a formação de osso no grupo dos implantes porosos de três semanas.

Em relação ao tempo de cicatrização, os resultados deste estudo são semelhantes aos encontrados por Deporter et al. (1986) que relatam não haver vantagem em avaliar a osseointegração em um período de cicatrização inicial acima de 4 semanas, pois também não encontraram diferenças significativas nos índices de osseointegração acima deste período.

Os resultados obtidos a partir da observação dos cortes histológicos mostraram que tanto os protótipos porosos quanto os usinados encontravam-se fixos ao tecido biológico dos animais, pois todas as superfícies avaliadas demonstraram crescimento ósseo variável em contato com a superfície dos protótipos de implante (figuras 28, 29, 30 e 31). Embora, a análise histomorfométrica, demonstrou diferenças significantes no percentual de contato osso/implante.

A imagem da figura 28 mostra o contorno superficial coberto por osso neoformado corado com azul de toluidina. Observa-se crescimento ósseo logo abaixo das regiões corticais. A região medular não se apresenta totalmente preenchida por osso neoformado,

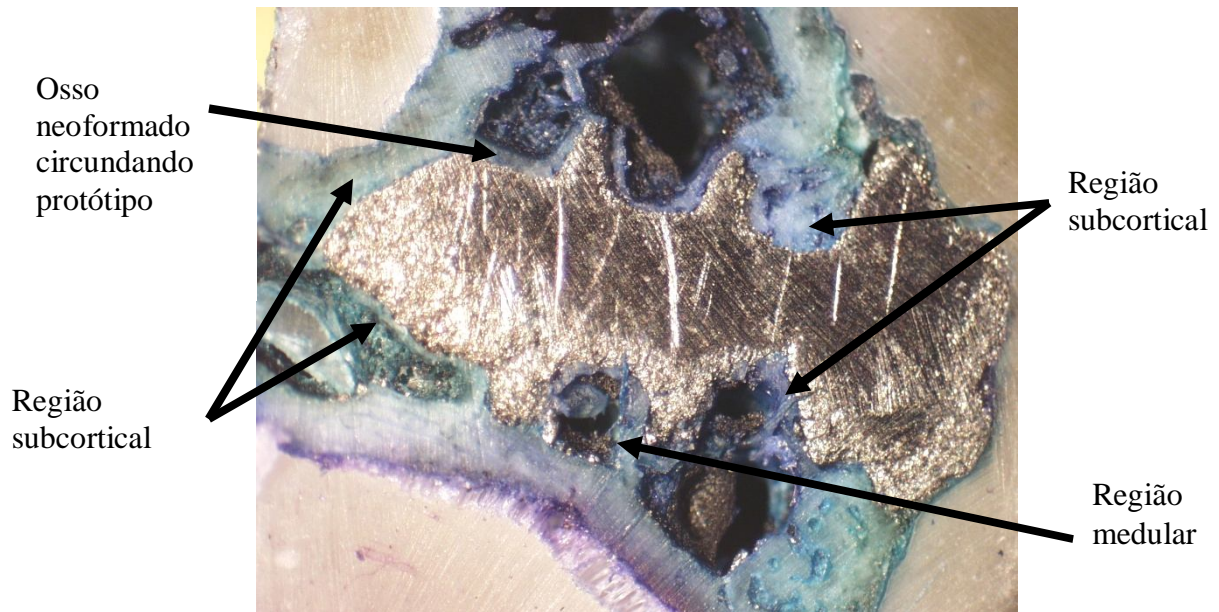


Figura 28 – Corte longitudinal do protótipo poroso após três semanas implantado (aumento de 35x)

No corte histológico da figura 29 observam-se os sulcos do protótipo preenchidos por osso neoformado havendo contato osso-implante (região E). Há uma linha de osso neoformado em torno de quase toda a superfície do implante com a tonalidade do azul de toluidina mais escuro representando neoformação óssea. Nas regiões de osso maduro, como na cortical, o tom de azul é mais claro. Na região medular observa-se um crescimento ósseo mais expressivo ao final da sexta semana de cicatrização.

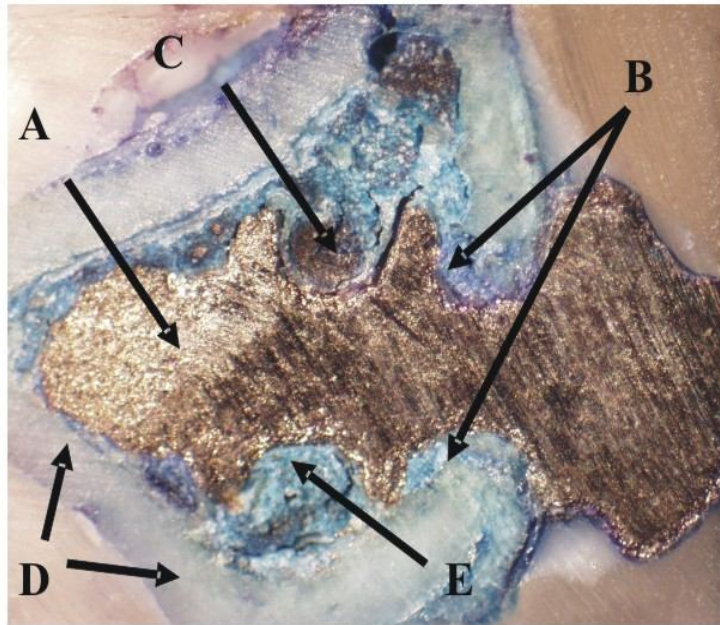


Figura 29 – Corte longitudinal do protótipo poroso A: Protótipo poroso, B: Osso neoformado na subcortical, C: Espaço medular, D: Osso cortical, E: Sulco preenchido por osso neoformado na região medular (aumento de 35x).

A figura 30 representa um corte longitudinal do protótipo usinado após três semanas de cicatrização. Observam-se zonas de inserção bicortical do protótipo na estrutura óssea, bem como presença de tecido ósseo neoformado.

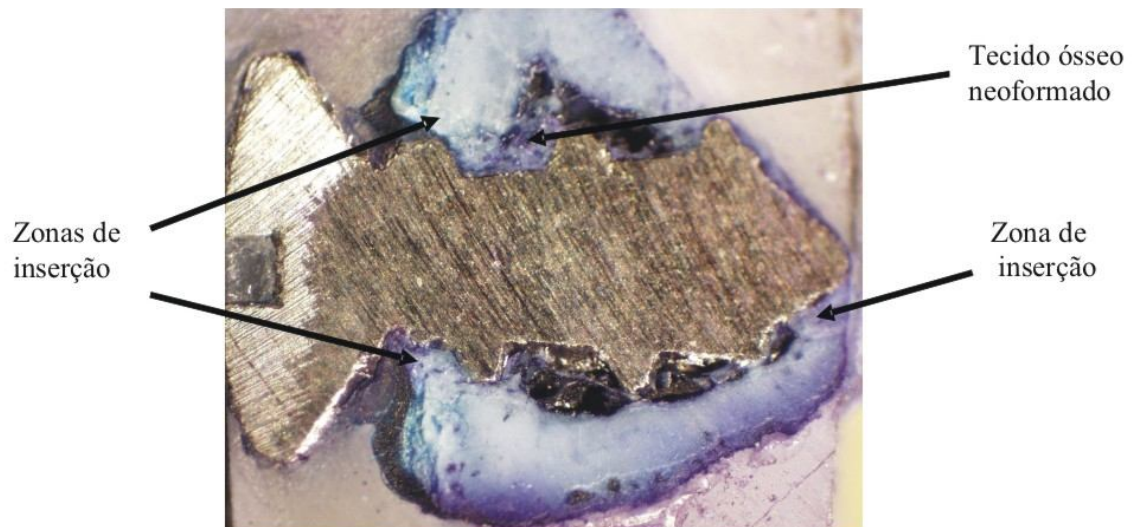


Figura 30 - Corte longitudinal do protótipo usinado após três semanas implantado (aumento de 35).

Na figura 31, apesar de não haver inserção bicortical, houve formação de tecido ósseo ao redor do protótipo usinado no período após seis semanas de cicatrização. Observa-se a região medular com maior quantidade de osso neoformado em relação ao protótipo de três semanas representado na figura 30.

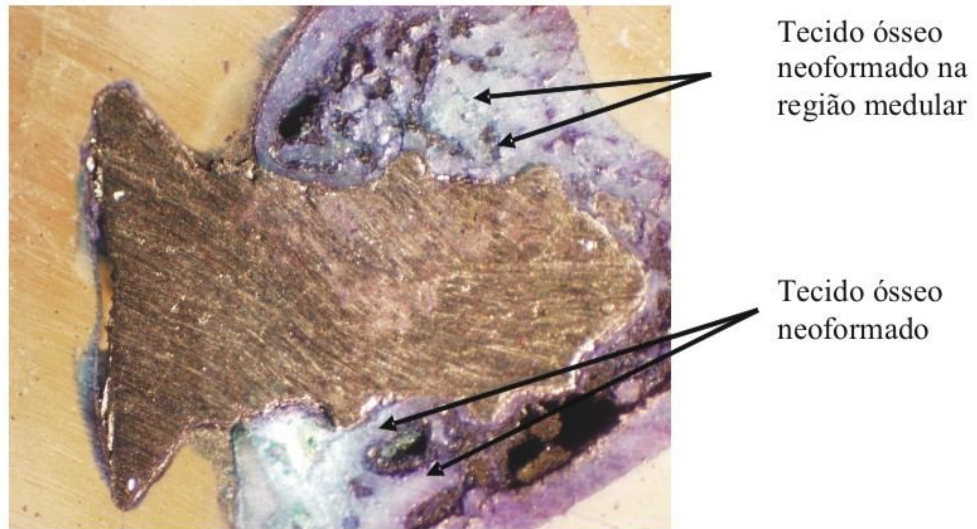


Figura 31 - Corte longitudinal do protótipo usinado após seis semanas (aumento de 35x).

As amostras deste experimento evidenciaram atividade óssea nas regiões subcortical e medular, o que sugere a possibilidade da estabilidade secundária estar diretamente ligada à capacidade do endósseo em formar tecido ósseo e à capacidade da superfície do implante em estimular esta proliferação celular favorecendo a osseointegração independente do tipo de superfície.

Ettinger et al. (1993) observaram que a orientação da secção influenciou na média obtida de interface osso-implante. O corte longitudinal apresentou uma média maior quando comparado com corte transversal em um mesmo implante. Isso comprova que a interface osso-implante varia consideravelmente em diferentes pontos do implante. Neste estudo optou-se pelo corte longitudinal do implante devido ao maior perímetro a ser mensurado.

Deligianni et al. (2001), mostraram evidências que implantes com superfícies rugosas aumentam consideravelmente os índices de porcentagem de osseointegração. Assim como os trabalhos de Boyan et al. (1996) que também comprovam os resultados positivos de tratamento de superfície dos implantes

dentários, obtidos em testes *in vitro* e *in vivo* no quesito percentual de contato osso-implante.

#### 4.5 ANÁLISE DAS SUPERFÍCIES AO MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA

Analisando-se a topografia com auxílio do microscópio eletrônico de varredura (MEV), pode-se identificar a diferença entre as superfícies. Pelo processo MPI obtiveram-se protótipos de implantes visivelmente porosos (figura 32 A e B) em contraste com a superfície de aspecto macroscópico liso e brilhante dos usinados, mas microscopicamente irregular com ranhuras ao longo da superfície (Figura 33 A e B).

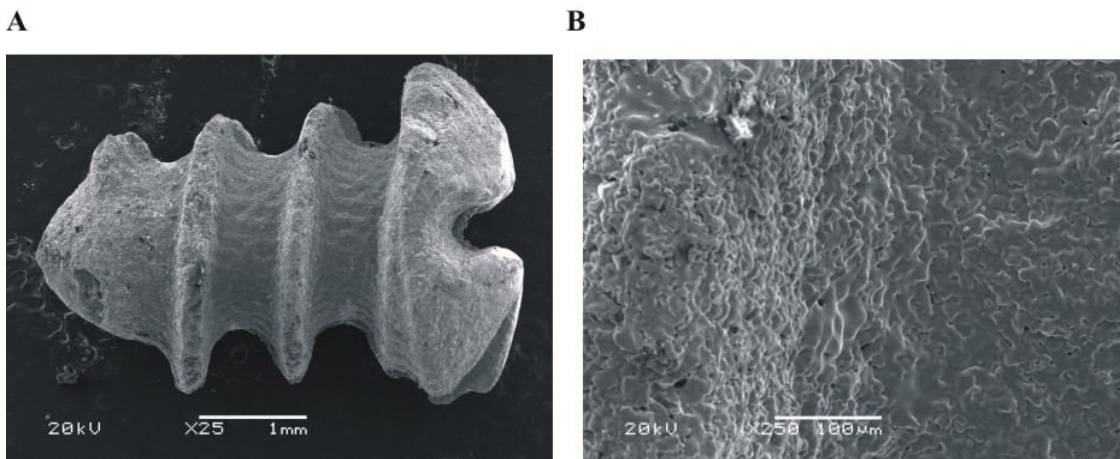


Figura 32 – A: Protótipo poroso (aumento de 25x). B: Superfície porosa (aumento de 250x).

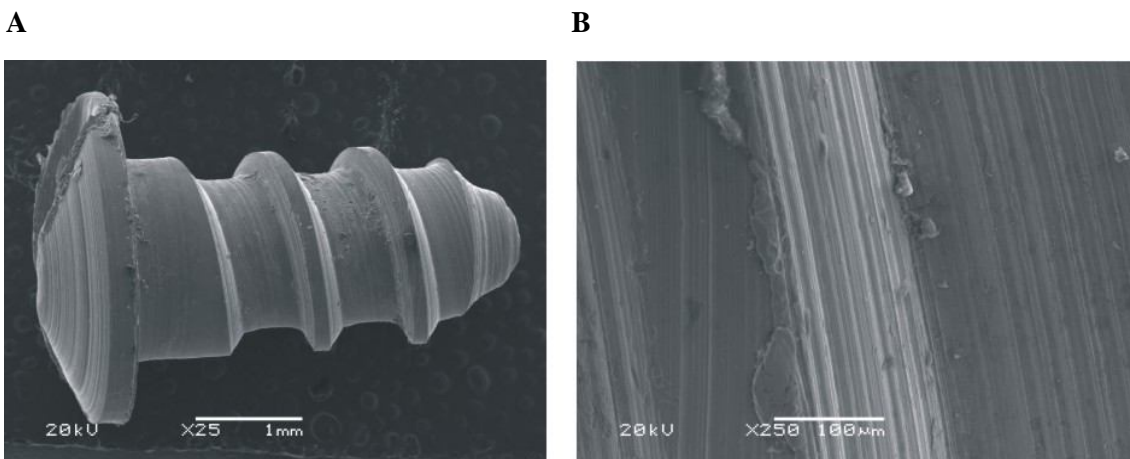


Figura 33 – A: Protótipo usinado (aumento de 25x). B: Superfície usinada. (aumento de 250x)

As imagens ao MEV das figuras 34 e 35 sugerem contato de osso neoformado com a superfície porosa do implante produzido pelo processo MPI implantado durante três semanas.

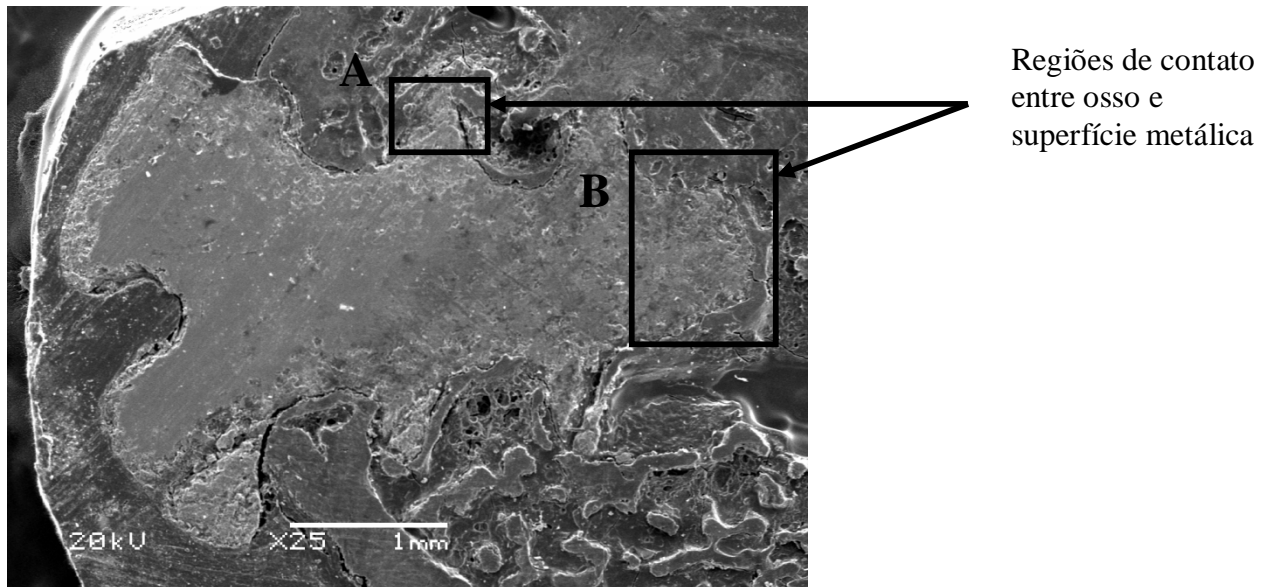


Figura 34 - Protótipo de implante com superfície porosa. Regiões A e B: Interfaces de contato do tecido ósseo neoformado com a superfície porosa. (aumento de 25x)

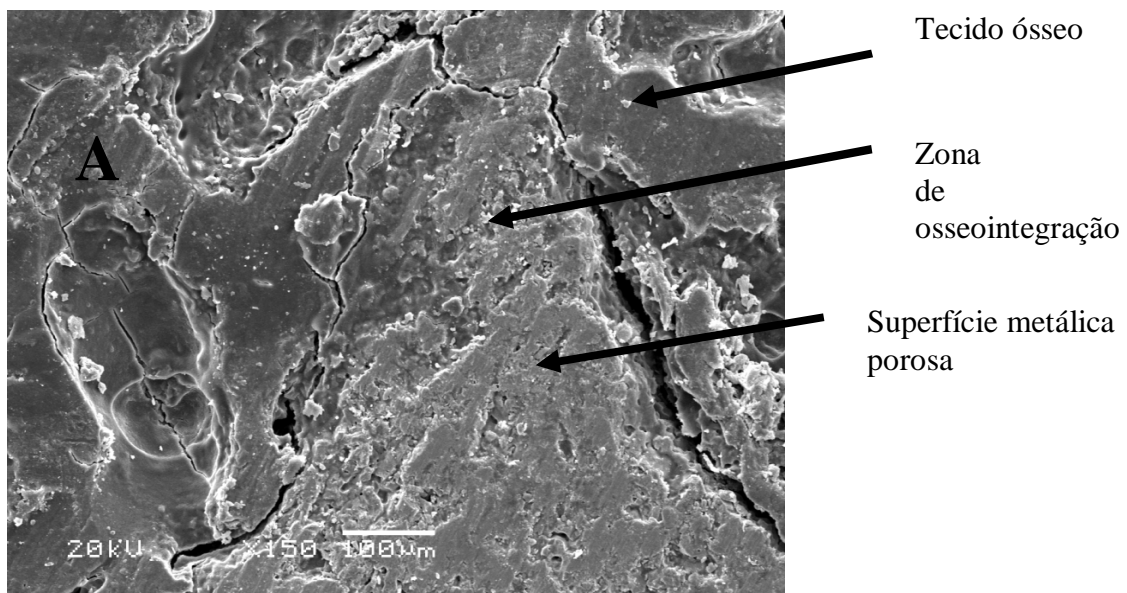


Figura 35 - Imagem ampliada da região A da figura 34. Zona de interface entre osso e superfície porosa (aumento de 150x).

A figura 36 exibe, em um corte longitudinal, a estrutura do protótipo usinado implantado seis semanas, em destaque, uma região na qual houve osseointegração entre o protótipo e o tecido ósseo, bem como osso neoformado, espaço medular e osso cortical. Na figura 37 observa-se a área de osseointegração em maior detalhe.

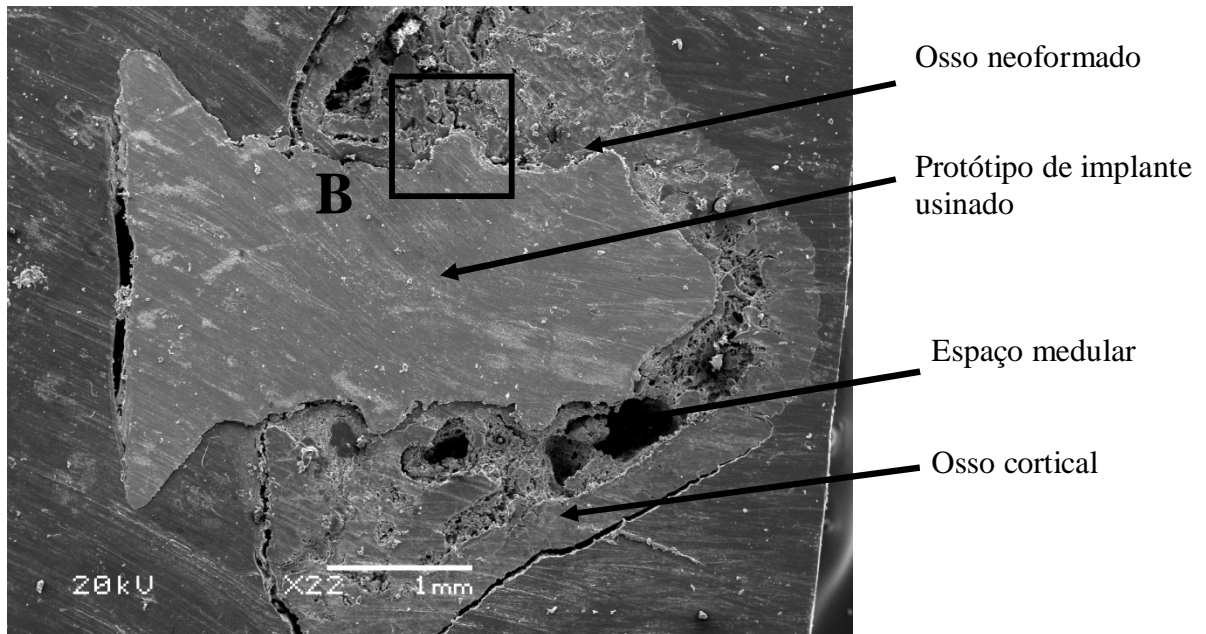


Figura 36 - Corte longitudinal do protótipo usinado (aumento de 22x).

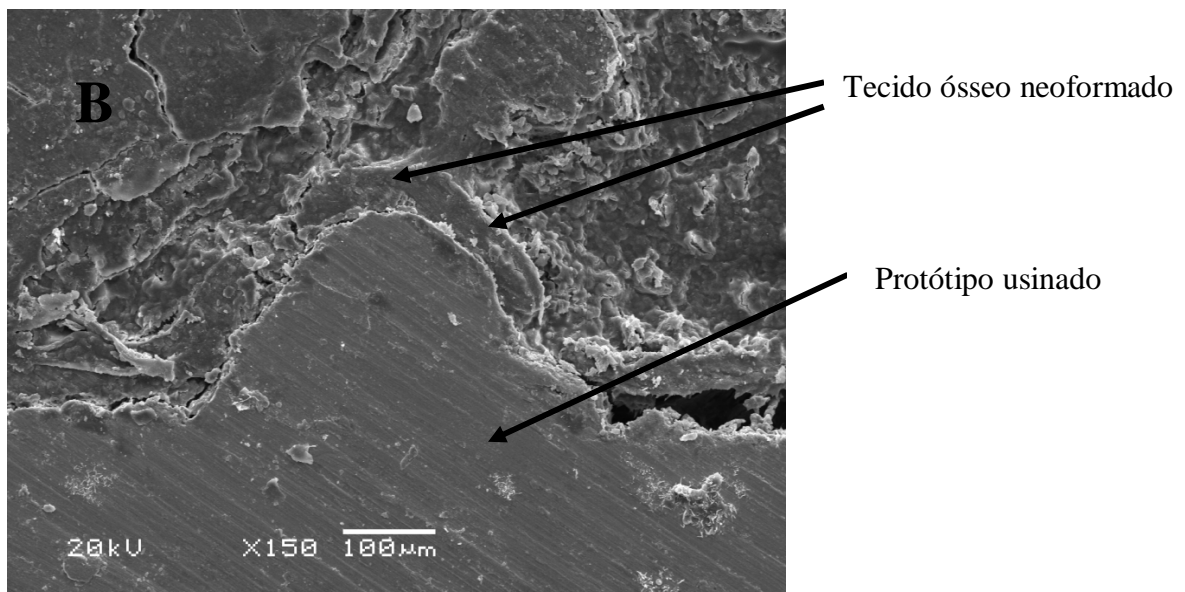


Figura 37 - Imagem ampliada da região B da figura 36, mostra interface entre tecido ósseo e superfície usinada (aumento de 150x).

#### 4.6 ANÁLISE DA POROSIDADE NAS PEÇAS

Foram realizados ensaios de porosidades em 5 protótipos porosos. A partir das variáveis medidas (massa e o volume) obteve-se a densidade dos protótipos e, conseqüentemente o valor da porosidade do material fabricado. Estes dados estão apresentados na tabela 7.

**Tabela 7**

Porosidade Média obtida dos protótipos dos implantes porosos.

Amostra	Massa (g)	Volume (cm <sup>3</sup> )	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Porosidade (%)
1	0,0449	0,0105	4,2762	4,97
2	0,0410	0,0095	4,3158	4,09
3	0,0388	0,0091	4,2637	5,25
4	0,0407	0,0097	4,1959	6,76
5	0,0445	0,0100	4,4500	1,11
Média	0,0420	0,0098	4,3003	4,44

A figura 38 A mostra a quantidade de poros presentes na região central do protótipo poroso, enquanto que na figura 38 B, o corte realizado na superfície exhibe maior quantidade de poros. A partir da comparação destas figuras nota-se que a estrutura superficial do protótipo possui características compatíveis com o processo de osseointegração e a região central (menos porosa) torna a peça mais resistente.

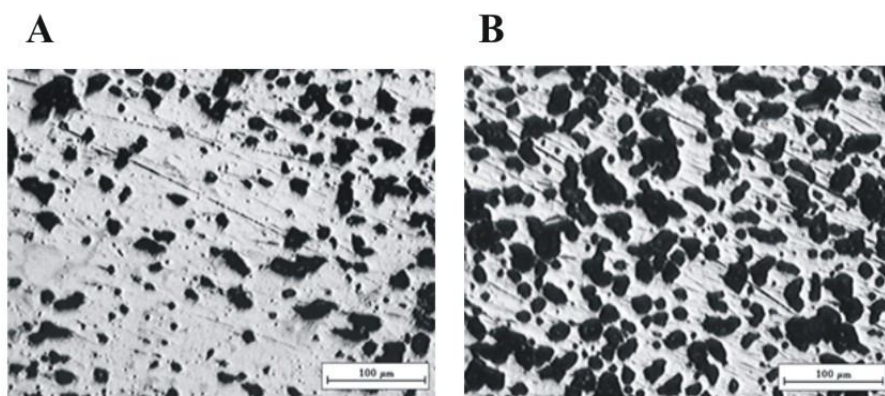


Figura 38 – A: Corte da região central do protótipo poroso. B: Corte da região periférica (aumento de 100x)



Esta característica pode ser observada também na figura 39, na qual o centro do protótipo é mais homogêneo e a região periférica exibe irregularidades que sugerem a presença de poros, conforme figuras 38 A e B.

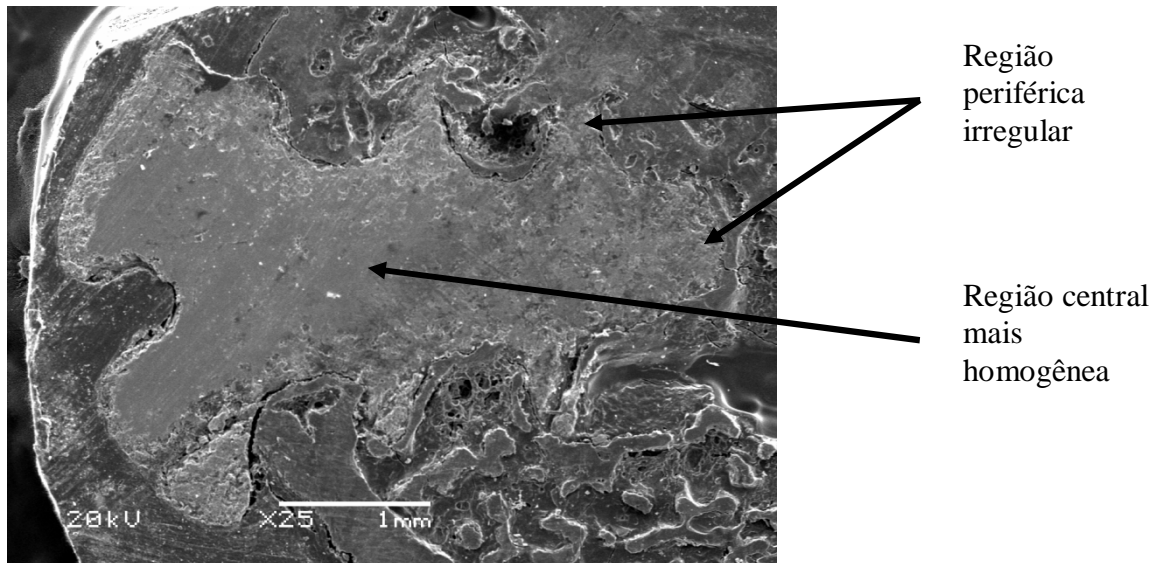


Figura 39 - Imagem ao MEV do protótipo poroso (aumento de 25X).

#### 4.7 TAMANHO MÉDIO DOS POROS DA SUPERFÍCIE

No presente estudo, a média das medidas (altura e largura) dos poros foi de 42,85  $\mu\text{m}$ . Foram encontrados poros com dimensões entre 81,23 a 86,12  $\mu\text{m}$  de largura e 12,36 a 13,21  $\mu\text{m}$  de altura (tabela 8). As medidas foram obtidas da figura 32 considerando o plano bidimensional.

**Tabela 8**

Média das medidas no plano bidimensional (altura e largura) dos poros presentes na superfície do protótipo

	altura ( $\mu\text{m}$ )	Largura ( $\mu\text{m}$ )	Média ( $\mu\text{m}$ )
1 <sup>a</sup> . medida	12,55	86,12	46,06
2 <sup>a</sup> . medida	12,36	80,28	38,42
3 <sup>a</sup> . medida	13,21	81,23	43,86
Média das médias			42,85

Bathomarco (2003) ressalta a importância de controlar a rugosidade superficial porque as células necessitam de pontos de ancoragem na superfície do implante, para iniciar a proliferação e garantir a biofixação. Admite-se que existe uma rugosidade ideal para fixação do implante e o processo MPI permite alcançar esta meta, possível de ser determinada modificando-se a temperatura de sinterização ou o tamanho de partículas (GÁLIO, 2004).

Müller et al. (2006) mostraram que osteoblastos humanos podem crescer entre os poros com diâmetro de 250 $\mu\text{m}$  a 500 $\mu\text{m}$ . Clemow et al. (1981) observaram que o diâmetro ideal para uma osseointegração aceitável é de 175 a 375  $\mu\text{m}$ . Boyan et al. (1996) concordam com os estes autores, pois relatam que os osteoblastos têm preferência por poros de 200 a 400  $\mu\text{m}$  para encorajar a migração, ancoragem e proliferação. Os valores encontrados neste estudo não conferem com estes autores, pois a média do tamanho dos poros observada foi de 42,85  $\mu\text{m}$ , abaixo dos valores acima citados.

Trabalhos mais recentes como de Deligianni et al. (2001) e Anselme e Bigerelle (2005) afirmam que células ósseas medulares podem detectar mudanças de rugosidade da ordem de 0,60  $\mu\text{m}$  de profundidade e, 150 a 200  $\mu\text{m}$  de comprimento, o que também difere dos resultados encontrados neste estudo onde o comprimento não ultrapassou 86,12  $\mu\text{m}$  e mesmo assim obteve-se crescimento ósseo significativo nos implantes porosos.

Apesar dos dados obtidos neste trabalho não estarem de acordo com os autores Müller et al. (2006); Boyan et al. (1996) e Clemow et al. (1981) os resultados clínicos e histomorfométricos alcançados com a metodologia desta pesquisa são compatíveis com os de Bobyn et al. (1980). Os autores relatam que para ocorrer desenvolvimento de vasos sanguíneos no interior do poro, este deve ter aproximadamente entre 50 a 400  $\mu\text{m}$  de diâmetro máximo. A média encontrada nesta pesquisa foi muito próxima (42,85  $\mu\text{m}$ ) ao valor mínimo encontrado por Bobyn et al. (1980).

Além das vantagens referentes à presença dos poros, outros aspectos da técnica MPI devem ser observados como a redução na probabilidade de contaminação em relação às outras técnicas de preparo superficial, conforme Moser e Nentwig (1987) e Watzek (1995), os relatos da literatura alertam quanto a trincas e arranhões dos revestimentos, devidos às tensões produzidas durante o processamento, a temperatura elevada e o acúmulo de material friccionado na zona interfacial, durante o jateamento de partículas de titânio na superfície da peça.

## 5 CONCLUSÕES

Baseados nos resultados apresentados neste estudo pode-se concluir que:

- Todos os protótipos de implante estavam clinicamente estáveis,
- A deposição de tecido ósseo sobre as superfícies dos protótipos de implantes osseointegrados ocorreu independente do tipo de superfície,
- A superfície porosa dos protótipos que permaneceram três semanas implantados contribuiu para um, significativamente, maior percentual de contato de tecido ósseo-implante nesta fase,
- Entre os protótipos que permaneceram seis semanas implantados a superfície de contato osso-implante não apresentou diferença estatisticamente significativa,
- O processo MPI utilizando pó de titânio mostrou-se viável como uma alternativa de produção de peças porosas,
- O tamanho médio dos poros assemelha-se aos resultados encontrados na literatura.

## 6 PROPOSTAS PARA FUTUROS TRABALHOS

- Estudos de maior duração para obter dados comparativos das duas qualidades de superfície dos implantes,
- Mudar os parâmetros de injeção do *feedstock*,
- Rever temperatura de sinterização para aumentar os valores da resistência mecânica,
- Avaliar o tamanho ideal das partículas de titânio, tamanho dos poros e temperatura ideal de sinterização a fim de melhorar a resistência mecânica destes protótipos,
- Relacionar tamanho de poros adquiridos através no processo MPI com a percentagem de contato osso-implante,
- Realizar ensaios mecânicos com corpos de prova maiores obtidos com pó de titânio para obterem-se melhores resultados, como maior resistência mecânica,
- Realizar ensaios mecânicos com implantes existentes no mercado e comparar com resultados dos protótipos,
- Verificar a influência de elementos químicos como oxigênio, nitrogênio, carbono e hidrogênio na biocompatibilidade.

O sucesso da Implantodontia não requer apenas o uso de técnicas cirúrgicas e protéticas rigorosas, mas um claro entendimento de diversas áreas devido ao caráter multidisciplinar dos biomateriais, portanto torna-se importante a interdisciplinaridade na pesquisa sobre osseointegração.

Trabalhos futuros em áreas distintas como engenharia, medicina, odontologia, biologia, química e outros terão papel fundamental no aperfeiçoamento da produção de implantes com superfície modificada.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALBREKTSSON, T.; JACOBSSON, M. Bone-metal interface in osseointegration. **J Prosth Dentistry**, v.57, n.5, p. 597-607, May 1987.

ALBREKTSSON, T.; ZARB, G.A. Current interpretations of the osseointegrated response: clinical significance. **Int. J. Prosthodont.**, v.6, n.2, p.25-105, 1993.

ALBREKTSSON, T.; BRANEMARK, P.-I.; HANSSON, H. A.; LINDSTRÖM, J. Osseointegrated titanium implants: requirements for ensuring a long-lasting, direct bone-to-implant anchorage in man. **Acta Orthodp. Scand.**, v.52, p.155-70, 1981.

AMARANTE, E. S.; LIMA L. A. de. Otimização das superfícies dos implantes: plasma de titânio e jateamento com areia condicionado por ácido – estado atual. **Pesqui Odontol Bras.** v.15, n.2, p. 166-173, abr/jun, 2001.

AMIGÓ, V.; SALVADOR, M.D.; ROMERO, F.SOLVES, C.; MORENO, J.F. Microstructural evolution of Ti-6Al-4V during the sintering of microspheres of Ti for orthopedic implants. **J. Mat. Process. Technol.** v.14, p.117-122, 2003

ANSELME, K.; BIGERELLE, M. Topography effects of pure titanium substrates on human osteoblast long-term adhesion. **Acta Biomater**, v. 1, p. 211-222, 2005.

AYUKAWA, Y.; OKAMURA, A.; KOYANO, K. Simvastatin promotes osteogenesis around titanium implants. A histological and histometrical study in rats. **Clin. Oral impl. Res.** v. 15, p. 346-350, 2004

BATHOMARCO, R. V. **Análise de diferentes processos subtrativos utilizados no tratamento da superfície de implantes odontológicos de titânio cp.** Dissertação de Mestrado - Departamento de Engenharia de Materiais e Metalurgia da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2003.

BECELLI, A. H. **Carga Imediata em Implantologia Oral.** Protocolos diagnósticos, cirúrgicos e protéticos casos clínicos. São Paulo: Livraria Santos, 2006, 349p

BIDEZ, M.W.; MISCH, C.E. **A Biomecânica Clínica em Implantodontia.** In: Implantes Dentários Contemporâneos. São Paulo: Santos. Cap 21, p 303-316, 2000.

BLANCHARD, C. R. Biomaterials: Body parts of the future. Technology Today, **South Research Institute**, Fall 1995.

BLAND, J. M.; ALTMAN, D.G. Statistical methods for assessing agreement between two methods of clinical measurement. **Lancet**, p. 307-310, 1986.

BOBYN, J. D.; PILLIAR, R. M. The optimum pore size for the fixation of porous-surfaced metal implants by the ingrowth of bone **Clin Orthop** n.150, p. 263-270, 1980.

BOTTINO, M. A.; GUIMARAES, M.V.M.; COSTA, V.; SANTOS, D.R. Oxidação e corrosão na união dos implantes osseointegrados com diferentes ligas metálicas. **Rev. Fac Odontol.** São José dos Campos, v.2, n.1, jan/ jun, 1999.

BOYAN, B.D.; HUMMERT, T.W.; DEAN, D.D.; SCHWARTZ, Z. Role of material surfaces in regulating bone and cartilage cell response. **Biomaterials**, v.17, n. 2, p. 137-146, 1996.

BRANEMARK, P. I. **The Journal Prosthetic Dentistry**, v.70, n.3, september, 1995.

BRÈME, J. Titanium and titanium alloys, biomaterials of preference. **Memoires et Études Scientifiques Reveu de Metallurgie**. p. 625-637, oct., 1989.

BUSER, D.; BROGGINI, N.; WIELAND, M.; SCHENK, R. K.; DENZER, A. J.; COCHRAN, D. L.; HOFFMANN, B.; LUSSI, A.; STEINEMANN, S.G. Enhanced bone apposition to a chemically modified SLA titanium surface. **J Dent Res** v. 83, n.7, p. 529-533, 2004.

BUSER, D.; SCHENK, R. K.; STEINEMANN, S.; FIORELLINI, J. P.; FOX, C. H.; STICH, H. Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implants. A histomorphometric study in miniature pigs. **J. Biomed. Mater. Res**, v.25, n.7, p.889-902, Jul.1991.

CHIAVERINI, V. **Metalurgia do pó**. Técnicas e produtos. Associação Brasileira de Metais, 1982.

CLEMOW, A. J. T.; WEINSTEIN, A. M.; KLAWITTER, J. J.; KOENEMAN, ANDERSON, J. Interface mechanics of porous titanium implants. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 15, p. 73-82, 1981.

DELIGIANNI, D. D.; KATSALA, N.; SOTIROPOULOU, D.; AMEDEE, J.; MISSIRLIS, Y.I. Effect of surface roughness of the titanium alloy Ti-6Al-4V on human bone marrow cell response and on protein adsorption. **Biomaterials**, v.22, p. 1241-1251, 2001.

DEPORTER, D. A.; WATSON, P. A.; PILLAR, R. M.; MELCHER, A.H.; WINSLOW, J. et al.. A histological assessment of the initial healing response adjacent to porous-surfaced, titanium alloy dental implants in dogs. **J. Dent. Res.**, v.65, p.1064-70, Aug, 1986.

D'LIMA, D. D.; LEMPERLE, S. M.; CHEN, P. C. et al.. Bone Response to Implant Surface Morphology. **The Journal of Arthroplasty** v. 13, n. 8, p. 928-934, 1998.

DONACHIE, Jr., M. J., **Titanium – A Technological Guide**. 2.ed. ASM International, 1989.

ETTINGER, R.L. et al.. Measurement of the interface between bone and immediate endosseous implants: a pilot study in dogs. **Int. J. Oral Maxillofac. Implants**, v.8, n.4, p. 420-427, 1993.

FROES, 1984 apud In: SCHWANKE, C. M.; SCHAEFFER, L. Technologies and principles for titanium powder production by P/M-A Review In: **Advanced Powder Technology. Processing of the first Internacional Latin-American Conference on Powder Technology**, Águas de Lindóia, São Paulo, Brazil, p. 190-199, Nov 1997.

GALIO, A. F. **Produção de implantes de titânio via moldagem por injeção de pós de hidreto de titânio**. Tese de doutorado, Escola de Engenharia, Programa de pós-graduação da UFRGS, Porto Alegre, 2004.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. **Ensaio dos Materiais**. São Paulo: LTC, 245p, 2000.

GERLING, R., CLEMENS, H., SCHIMANSKY, F.P. Powder Metallurgical Processing of Intermetallic Gamma Titanium Aluminides. **Advanced Engineering Materials**, v. 6, n. 1-2, p.23-38, February, 2004.

GERMAN, R. M.; BOSE, A. **Injection Molding of metals and ceramics**. 1997.



GOTFREDSEN, K.; BERGLUNDH, T.; LINDHE J. Anchorage of titanium implants with different surface characteristics: an experimental study in rabbits. **Clin Implant Dent Relat Res.**; v. 2, n.3, p. 120-128, 2000.

HANAHA, T .In vivo metallic biomaterials and surface modification. **Materials Science and Engineering A267**, p. 260-266, 1999.

HENRIQUES, V. A. R. Caderno Técnico. Metalurgia do Titânio e suas ligas. **Revista Metalurgia & Materiais**, São Paulo, v.61, n. 559 p. 515, Set 2005.

INOUE, T.; MATSUZAKA, K.; YOSHINARI, M.; ABIKO, Y.; SHIMONO, M. Implant-bone tissue interface. Bull. **Kanagawa Dent Col**, v. 27, n. 2, p. 132-141, 1999.

JUNQUEIRA, L.C.; CARNEIRO, J. **Histologia Básica** 6.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan S.A. 1985.

KASEMO, B. Biocompatibility of titanium implants: Surface science aspects. **J Prosthet Dent**, v. 49, n. 6, p. 832-837, 1983.

LEMONS, J. E., MISCH, F. D. Biomateriais Utilizados em Implantes Dentários. In MISCH, C. E. **Implantes Dentários Contemporâneos**. 2.ed. São Paulo: Santos, Cap 20, p. 271-302, 2000.

LEVENTHAL, G. S. Titanium, a metal for surgery. **J Bone Joint Surg.** 33, p. 473-474, 1951.

MAEZTU, M. A. de; ALAVA, J. I.; GAY-ESCODA, C. Ion implantation: surface treatment for improving the bone integration of titanium and Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V dental implants. **Clin Oral Impl. Res**, n. 14, p. 57-62, 2003.

MARTIN, J. Y.; SCHWARTZ, Z.; HUMMERT, T. W.; SCHRAUB, D. M.; SIMPSON, J.; LANKFORD JR, J.; DEAN, D. D.; COCHRAN, L.; BOYAN, B. D. Effect of titanium surface roughness on proliferation, differentiation, and protein synthesis of human osteoblast-like cells (MG63). **J Biomed Mat Research**, v. 29, p. 389-401, 1995.

MILKE, A.R. **O projeto de moldagem de pós por injeção aplicado na fabricação de peças de aço**. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola de Engenharia, Curso de pós Graduação em Engenharia Metalúrgica da UFRGS. Porto Alegre, 2000.

MITKOV, M.; BOZIC, D. Hydride-dehydride conversion of solid Ti6Al4V to powder form. **Mat Charact.** n. 37, p. 53-60, 1996.

MÜLLER, U.; IMWINKELRIED, M.; HORST; SIEVERS, M.; GRAF-HAUSNER. Do human osteoblasts grow into open-porous titanium? **European Cells and Materials**, v. 11, p. 8-15, Jan, 2006.

NOVAES, A.B.JR.; SOUZA S. L.; OLIVEIRA, P.T.; SOUZA, A.M. Histomorphometric analysis of the bone-implant contact obtained with 4 different implant surface treatments placed side by side in the dog mandible. **Int J Oral Maxillofac Implants.** May-Jun; v.17, n.3, p. 377-83, 2002.

OLIVEIRA, M. V.; PEREIRA, L. C.; CAIRO, C. A. A. Porous Structure Characterization in Titanium Coating for Surgical Implants. **Materials Reserach**, v.5, n. 3, p. 269-273, 2002.

ORSINI, G., ASSENZA, B., SCARANA, A., PIATELLI, M., PIATELLI, A. Surface analysis of machined versus sandblasted and acid-etched titanium implants. **The Int J Oral Maxillof Implants.** v.15, p.779-784, 2000.

PADILHA, D. M. P.; HAMMES, M. Mesa milimetrada para corte de tecidos duros. **R. Fac. Odontol.**, Porto Alegre, v. 39, n.2, p. 24-25, dez. 1998.

PIATTELLI, A.; DEGIDI, M.; PAOLANTONIO, M.; MANGANO, C.; SCARANO, A. Residual aluminum oxide on the surface of titanium implants has no effect on osseointegration. **Biomaterials**, v.24, p. 4081-4089, 2003.

PIATTELLI, A.; MANZON, L.; SCARANO, A.; PAOLANTONIO, M.; PIATTELLI, M. Histologic and histomorphometric analysis of the bone response to machined and sandblasted titanium implants: an experimental study in rabbits. **Int J Oral Maxillofac Implants**, v.13, p. 805-810, 1998.

PILLIAR, R.M.; LEE, J.; MANIATOPOULOS, C. Observations os the effect of movement on bone in growth into porous surface implants. **Clin Orthop** 208: 108-113, 1986.

ROSA, A.L.; BELOTI, M.M. Rat bone marrow cell response to tianium and titanium alloy with different surface roughness. **Clin. Oral Impl. Res**, v.14, p. 43-48, 2003.

SANTIAGO, A.S.; SANTOS, E.A.; SADER, M.S. et al.. Response of osteoblastic cells to titanium submitted to three different surface treatments. **Braz Oral Res** n. 19, v.3, p. 203-208, 2005.

SCHROEDER, A.; SUTTER, F.; KREKELER, G. **Implantodontia Dental**. Tradução de Terezinha Oppino. São Paulo: Panamericana, 1994.

SCHWANKE, C. M. **Obtenção de titânio e suas ligas particuladas pelo processo Hidratação** – Dehidratação, Tese de Doutorado – PPGEM- UFRGS, Porto Alegre/RS, Set., 2000.

SILVA, P. H. M., SOARES, G. A., ELIAS, C. N. et al. Surface analysis of titanium dental implant with different topographies. **Mat Res**. São Carlos, v. 3, n.3, p. 61-67, 2000.

SILVA, T. C. **Estudo do Processamento de Pós de Titânio para Aplicação em Implantes Cirúrgicos**. Eng Metalúrgica e de Materiais Dissertação de Mestrado COPPE/UFRJ, 2001.

SIMMONS, A. C., VALIQUETTE, N., PILLIAR, R.M. Osseointegration of sintered porous-surface and plasma spray-coated implants: An animal model study of early postimplantation healing response and mechanical stability. **J. Biomed Mater Res**, v. 47, p. 127-138, 1999.

SIMON, M.; LAGNEAU, C.; MORENO, J.; LISSAC, M.; DALARD, F.; GROSGOGEAT, B. Corrosion resistanse and biocompatibility of a new porous surface for titanium implants. **Eur J Oral Sci**, v. 113, p. 537-545, 2005.

SUPATI, R.; LOH, N.H.; KHOR, A.K.; TOR, S.B. Mixing and characterization of feedstock for powder injection molding. **Materials Letters**, v. 46, p. 109 – 114, Nov. 2000.

SYKARAS, N.; IACOPINO, A. M.; MARKER, V. A.; TRIPLETT, R.G.; WOODY, R.D. Implant Materials, Designs, and Surface Topographies: Their Effect on Osseointegration. A literature review. **Int J Oral Maxillofac Implants**, v. 15, n. 5, p. 675-690, 2000.

TEIXEIRA, E. R. Superfícies dos Implantes: Estágio Atual. In: DINATO, J. C.; POLIDO, W. D. P. (coord). **Implantes Osseointegrados: Cirurgia e Prótese**. São Paulo: Artes Médicas, p. 63-80, 2001.

WENNERBERG, A.; ALBREKTSSON, T.; JOHANSSON, C.; ANDERSSON, B. Experimental study of turned and grit-blasted screw-shaped implants with special emphasis on effects of blasting material and surface topography. **Biomaterials**, v. 17, n. 1, p. 15 – 22, Jan 1996.

WILKE, HJ; CLAES, L; STEINEMANN, S. The influence of various titanium surfaces on the interface shear strength between implants and bone. In: HEIMKE, G; SOLTÉSZ, U; LEE AJC. **Advances in Biomaterials**. Amsterdam: Elsevier; v.1, p. 309-14, 1990.

WILLIAMS, D.F. editor: **Biocompatibility of clinical implant materials**. Boca Raton, Florida, v.1, 1981.



WILLIAMS, D.F. Definitions in biomaterials, In: **Progress in biomedical engineering**. D.F.Williams. Amsterdam: Elsevier, v.4, cap.6, p. 49-59, 1987.

WONG, M.; EULENBERGER, J.; SCHENK, R.; HUNZIKER, E. Effect of surface topology on the osseointegration of implant materials in trabecular bone. **J Biomed Mat Res**, v. 9, p. 1567-1575, 1995.

YANG, Y.; ONG, J.L.; TIAN, J. In vivo evaluation of modified titanium implants surfaces produced using a hybrid plasma spraying processing. **Mater Science and Engineering**, v. 20, p. 117-124, 2002.

ZHAO, G.; SCHWARTZ, Z.; WIELAND, M.; RUPP, F.; GEIS-GERSTORFER, J., COCHRAN, D. L., BOYAN, B. D. High surface energy enhances cell response to titanium substrate microstructure. **J Biomed Mater Res**, v 74A, p. 49-58, 2005.

## ANEXOS

---

Universidade Federal do Rio Grande do Sul Faculdade de Odontologia

**COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA**

**RESOLUÇÃO**

O Comitê de Ética em Pesquisa e a Comissão de Pesquisas da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul analisaram o Projeto:

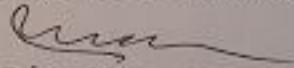
**Número: 83/04**

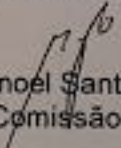
**TÍTULO: PROCESSAMENTO DE PÓS DE TITÂNIO E SUA APLICABILIDADE EM IMPLANTES OSSEOINTEGRADOS**

**Investigador(es) principal(ais): Professores Lírio Schaeffer, Dalva Maria Pereira Padilha e C.D Andrea Schaeffer**

O Projeto foi aprovado na reunião do dia 07/12/04, Ata nº 11/04 do Comitê de Ética em Pesquisa e da Comissão de Pesquisas, da UFRGS, por estar adequado ética e metodologicamente e de acordo com as normas de utilização de animais em projetos de pesquisa, conforme a Resolução 04/97, da Comissão de Pesquisa e Ética em Saúde GPPG/HCPA.

Porto Alegre, 15 de dezembro de 2004.

  
Prof. Marisa Maltz  
Coordenadora do Comitê de Ética em Pesquisa

  
Prof. Manoel Sant'Ana Filho  
Coordenador da Comissão de Pesquisas