

ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE SUPERFÍCIES MODIFICADAS DE TITÂNIO VIA DUPLO ATAQUE ÁCIDO PARA APLICAÇÃO EM IMPLANTES ODONTOLÓGICOS OSTEOINTEGRÁVEIS

VIEIRA, G.M¹.; SILVA, W.G.¹; OLIVEIRA.F.²; SOUZA, R. L.³; ALMEIDA, T.C.S.⁴; MARTINS, M.D.⁵

¹ Mestrando do PPG-CDTN; ² Doutoranda do PPG-CDTN; ³ Professor IECT universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri; ⁴ Bolsista de pós-doutorado do CDTN; ⁵ Docente do PPG-CDTN

Palavras chaves: Modificação; Implante; Titânio.

Introdução

Conforme dados da *Our World in Data* (ROSER & ORTIZ-OSPINA, 2019) a expectativa de vida média global entre os anos de 1800 e 2019 cresceu de 29 anos para 73 anos. Contudo, na medida em que a população vive mais, problemas relativos ao envelhecimento tendem a ser mais frequentes, dentre eles a perda dentária por doenças periodontais, o que vem ocasionando uma crescente demanda por implantes dentários (ALENCAR, et al., 2007). Desde a década de 1980 o titânio comercialmente puro e ligas de titânio vem se consolidando no mercado como a primeira escolha para implantes dentários (VAN NOORT, 1987; MEFFERT, et al., 1992; GRANDIN, et al., 2012). Propriedades superficiais do implante, como composição química e topografia, possuem grande influência no sucesso de uma implantação dentária. Nesse sentido, estudos indicam que as principais propriedades que afetam o desempenho de implantes de titânio são a rugosidade superficial, molhabilidade e composição química superficial (CORDEIRO & BARÃO, 2016). No que diz respeito à rugosidade superficial, existem evidências de que rugosidades em nível micrométrico (0,11 – 100 μ m) favoreçam o processo de osteointegração, isto é, o estabelecimento estável e assintomático da interface de ancoragem osso-implante (BOYAN, et al., 2016; CORDEIRO & BARÃO, 2016). Outro fator crucial para o sucesso da implantação é uma elevada molhabilidade superficial, isto é, superfícies que apresentem baixos ângulos de contato (RUPP, et al., 2014). Para a obtenção de superfícies com características de rugosidade e molhabilidade favoráveis a osteointegração vários métodos diferentes são utilizados, sendo um dos mais amplamente aplicados o jateamento com partículas cerâmicas seguido por banho ácido, o qual é conhecido por processo SLA (Sandblasted, Large-grit, Acid-etched). Contudo, tais processo trazem, via de regra, considerável complexidade operacional e, por vezes, problemas relacionados à sujidade do ambiente produtivo, como é o caso do processo SLA. Dessa forma, o presente trabalho apresenta a caracterização superficial de amostras de cp-Ti que passaram por diferentes tratamentos superficiais por ataque ácido, buscando evidenciar a obtenção de parâmetros de rugosidade superficial e molhabilidade equivalente aos obtidos por processos atuais, contudo por meio de rotas operacionalmente mais simples com menores custos associados.

Material e métodos /Metodologia

As amostras utilizadas foram discos de titânio comercialmente puro de 12,7 mm de diâmetro e 2mm de espessura, obtidos por usinagem de um tarugo de Ti ASTM F67 grau 4 (ISO 5832-2), fornecidos pela empresa parceira do laboratório. As amostras foram separadas em 5 diferentes grupos, sendo o grupo 1 o grupo controle, contendo apenas amostras lisas, isto é, amostras que foram somente usinadas.

O grupo 2 consiste de amostras que passaram por ataque ácido em solução aquosa de $H_2SO_4 + HCl$ a $60^\circ C$ por 60 minutos em banho ultrassônico. Os grupos 3,4 e 5 sofreram o mesmo ataque ácido das amostras do grupo 2, porém foram submetidos, logo na sequência, a um segundo ataque ácido em solução aquosa de HNO_3 e HF , a temperatura de $25^\circ C$, em banho ultrassônico, por tempos de 10, 20 e 30 segundos, respectivamente. Todo o protocolo de limpeza e preparação foi executado na empresa parceira, e alguns dados foram omitidos por sigilo industrial. As medidas de rugosidade das amostras foram realizadas a partir de imagens de AFM, com dimensões de $100\mu m \times 100\mu m$ e $50\mu m \times 50\mu m$, obtidas com o equipamento Ntegra da fabricante NTMDT. As medidas foram feitas utilizando-se o parâmetro R_q para cálculo da rugosidade 2D. Todas as medidas foram feitas nas dependências do Labnano-CDTN. As medidas de ângulo de contato foram feitas por meio do método da gota sésil, à $25 \pm 3^\circ C$ em atmosfera ambiente e volume de $3 \mu L$. O ângulo medido foi aquele formado entre a horizontal (base da gota) e a reta tangente à gota. Foram feitas eletromicrografias obtidas por MEV (microscopia eletrônica de varredura), utilizando o microscópio Quanta 200 FEI (MEV/FEG) instalado no Centro de Microscopia da UFMG (CM/UFMG), para caracterização qualitativa da morfologia superficial das amostras.

Resultados e discussão

No gráfico 1A são mostrados os valores médios de rugosidade com seus respectivos desvios padrão para cada grupo de amostras analisadas. Verificou-se um aumento estatisticamente significativo dos valores de rugosidade nas amostras após os ataques ácidos em relação ao grupo de amostras lisas. As amostras lisas apresentaram parâmetro de rugosidade R_q de $141 \text{ nm} \pm 25 \text{ nm}$. As amostras que sofreram somente o primeiro processo de ataque ácido apresentaram R_q de $169 \text{ nm} \pm 24 \text{ nm}$. Em todas as amostras que passaram por dois ataques ácidos observou-se valores de rugosidade maiores que as amostras que passaram por somente um ataque. Esse aumento ocorreu em todos tempos (10, 20 e 30 segundos). No gráfico 1B é possível observar que as amostras lisas apresentaram maior ângulo de contato, mas sem diferença estatística em relação ao grupo de amostras que sofreu 1 ataque ácido. Todas as amostras que sofreram 2 ataques apresentaram menores ângulos de contato que as amostras lisas e que sofreram 1 ataque. Conforme figura 1, as imagens de MEV da superfície das amostras evidenciaram que as amostras que passaram por 2 ataques ácidos são nitidamente mais rugosas que as lisas e as que sofreram apenas 1 ataque ácido, confirmando medidas de rugosidade feitas, sugerindo que a utilização de 2 ataques ácidos, um após o outro seja mais eficaz na obtenção de superfícies rugosas.

Conclusão

Os resultados de rugosidade superficial, ângulo de contato e da análise das imagens de MEV da superfície das amostras confirmam a eficácia de uma rota operacionalmente mais simples e potencialmente mais barata via ataque ácido que permita obtenção de superfícies com características favoráveis ao processo de osteointegração. As amostras que sofreram 2 ataques ácidos são ainda mais promissoras para aplicações em pinos de cp-Ti, por apresentaram maior rugosidade e menor ângulo de contato do que as amostras lisas e as que sofreram apenas o ataque ácido. De maneira a confirmar a eficácia da rota sugerida neste trabalho, indica-se ainda a execução futura de testes *in vitro* de adesão e proliferação para melhor compreensão do desempenho da superfície obtida quando comparada à outras já praticadas.

Agradecimentos

Especiais agradecimentos a CAPES, CNPq e CNEN pelo financiamento e apoio à pesquisa.

Referências

- ALBREKTSSON, T.; JACOBSSON, M. J. Bone-metal interface in osseointegration. **J. Prosthet. Dent.**, v. 57, p. 597-606, 1987.
- ALENCAR, Catarina Ribeiro Barros et al. Perda precoce de dentes decíduos: Etiologia, epidemiologia e consequências ortodônticas. **Publicatio UEPG**, [S. l.], p. 29-37, 2007.

BOYAN, B.D. et al. Implant Surface Design Regulates Mesenchymal Stem Cell Differentiation and Maturation.

Advances in Dental Research, [S. l.], v. 28, p. 10-17, 2016.

CORDEIRO, Jairo M.; BARÃO, V.A.R. Is there scientific evidence favoring the substitution of commercially pure titanium with titanium alloys for the manufacture of dental implants?. **Materials Science and Engineering C**, [S. l.], p. 1201-1215, 2016.

GRANDIN H., *et al.*, A review of titanium zirconium (TiZr) alloys for use in endosseous dental implants. **Materials**, v.5, p.13-48, 2012.

MEFFERT, Roland M. et al. Dental Implants: A Review. **J Periodontal**, [S. l.], v. 63, n. 11, p. 859-870, 1992.

ROSER, Max; ORTIZ-OSPINA, Esteban; RITCHIE, Hannah. Life Expectancy. *In: Life Expectancy*.

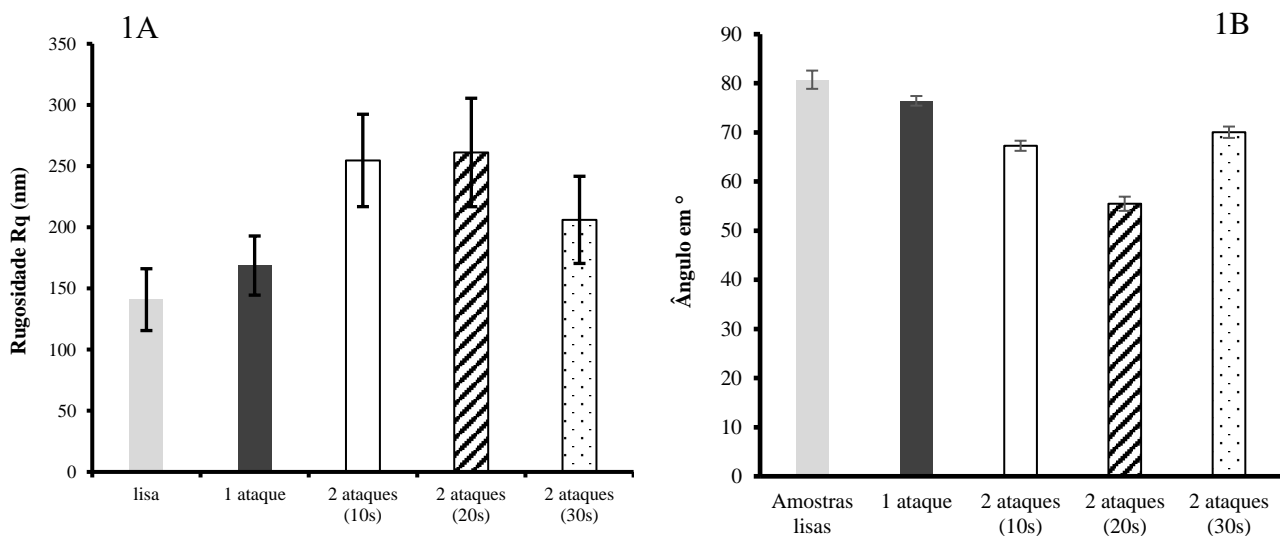
OurWorldInData.org, 2019. Disponível em: <https://ourworldindata.org/life-expectancy>. Acesso em: 25 fev. 2022.

RUPP, F. et al. A review on the wettability of dental implant surfaces I: theoretical and experimental aspects. **Acta biomaterialia**, v. 10, n. 7, p. 2894-2906, 2014.

VAN NOORT, R. Titanium: the implant material of today. **Journal of Materials Science**, [S. l.], p. 3801-3811, 1987.

ANEXO I

Gráfico 1. Resultado da medição do parâmetro Rq de rugosidade das amostras (1A). Resultado da medição do ângulo de contato em graus das amostras (1B).



Fonte: Arquivo pessoal (2022).

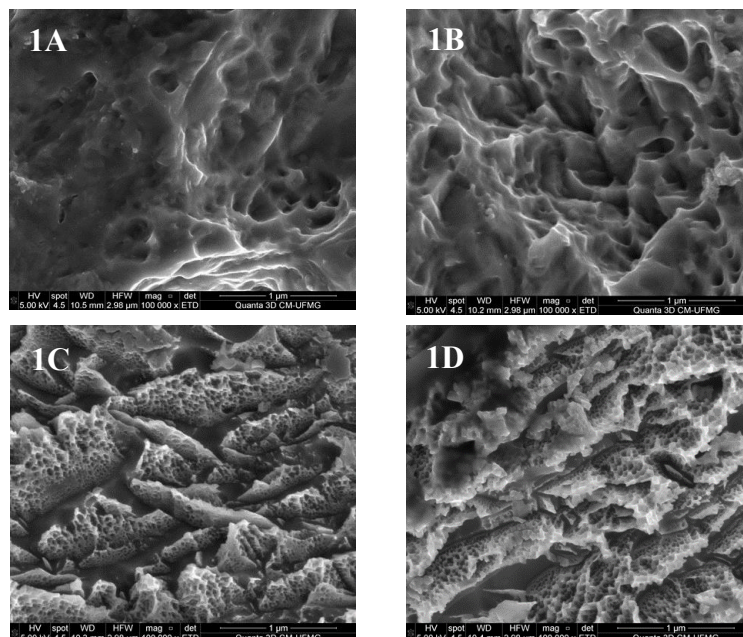


Figura 1. Eletromicrografias com magnificação de 100.000x da superfície das amostras que sofreram 1 ataque (1A), 2 ataques 10s (1B), 2 ataques 20s (1C) e 2 ataques 30s (1D). Fonte: Arquivo pessoal (2022).