

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

MURILO PEREIRA COUTINHO

INFLUÊNCIA DA MORFOLOGIA DA SUPERFÍCIE NA MOLHABILIDADE DO
TITÂNIO COMERCIALMENTE PURO

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciências dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Ciências dos Materiais

Orientador: Professor Carlos Nelson Elias, DC - IME

Rio de Janeiro

2007

C2007

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro - RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmар ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

617.6 Coutinho, Murilo Pereira

M871i Murilo Pereira Coutinho. - Rio de Janeiro : Instituto Militar de Engenharia, 2007.

--- INFLUÊNCIA DA MORFOLOGIA DA SUPERFÍCIE NA MOLHABILIDADE DO TITÂNIO COMERCIALMENTE PURO

84p : il., graf., tab. : - cm.

Dissertação (mestrado) - Instituto Militar de Engenharia, 2007

1. Implantes dentários – tratamento de superfície. 2. Tratamento dentário. 3. Superfície de titânio. 4. Molhabilidade

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Murilo Pereira Coutinho

**INFLUÊNCIA DA MORFOLOGIA DA SUPERFÍCIE NA MOLHABILIDADE DO
TITÂNIO COMERCIALMENTE PURO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciências dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências dos Materiais.

Orientador: Prof. Carlos Nelson Elias – D.C.

Aprovada em 25 de abril de 2007 pela seguinte Banca Examinadora:

Prof. Doutor Carlos Nelson Elias – IME - Presidente

Prof.Doutor José Monteiro Netto – UNIGRANRIO

Prof. Doutor Carlos Luiz Ferreira – IME

Rio de Janeiro
2007

DEUS, por me dar a oportunidade de errar e ...reconhecer,
por despertar em mim a vontade de aprender e ...ensinar,
por iluminar o meu caminho e
abençoar minha família.

Aos meus pais, *Odyr e Darci*, por seu amor incondicional,
presença constante e torcida vibrante em cada passo,
tropeço ou conquista.

À minha esposa, *Lourenza* pelo amor, companheirismo e
por entender que o tempo subtraído do convívio familiar
seria importante para a minha realização.

Ao meu filho e amado, *Emanoel* por
trazer um significado muito maior à minha existência e
permitir crescer, a cada dia, com você

Ao meu orientador, Prof. Dr. Carlos Nelson Elias, pela capacidade,presteza e atenção dispensados durante todo o curso. Pela confiança depositada, pelo estímulo e crença no meu potencial. Pela sinceridade, companheirismo e principalmente pela amizade durante todos esses anos de convivência.

Meu mais profundo respeito, minha gratidão e amizade.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof.Doutor José Monteiro Netto por sua amizade e incentivo ,sem o qual não seria possível a realização deste curso de mestrado.

Ao Prof.Doutor Jorge Erasmos Seixas por ter me dado a oportunidade de iniciar minha vida acadêmica, pelo estímulo e pelo muito que me ensinou.

Ao Prof. Doutor Valdemar Cantizano pelo convívio, amizade e disposição em ajudar.

Ao prof. Doutor Carlos Luiz Ferreira –IME, pela seriedade , consideração e pelas orientações preciosas.

Ao Prof.Doutor Farias e equipe – COPPE - UFRJ pelo apoio nos ensaios de molhabilidade.

Ao Maj. Pinto pela eficiente coordenação deste curso.

Ao Cap. Veltri pela sua boa vontade e disponibilidade nos afazeres burocráticos.

Ao Sr. Joel , operador do MEV , que esteve sempre disponível para me ajudar.

A secretária Sra. Heloisa Helena da Conceição pela sua paciência , convívio, disponibilidade e auxílio prestados durante todo o Curso.

Ao secretário Hector Antônio Borja pela amizade e disponibilidade em me ajudar.

A minha amiga Prof^a. Helena Rachid pelo grande incentivo.

A todos os professores da SE/4 que não mediram esforços para passar seus ensinamentos.

Aos colegas da SE/4 , Claudia , Michelly, Ney, Astrid, Flávio Cid, Marcelo Pojucam , Dora, Maria Elisa, Tenente Melo , Felipe S. oares, Clesiano Rodrigues e outros companheiros que viveram as dificuldades e venceram.

Ao Instituto Militar de Engenharia, IME pela oportunidade e os meios oferecidos para a elaboração desta dissertação.

Ao Padre Denivaldo (paróquia São Sebastião de Olaria) pelo uso da internet.

Enfim a todos aqueles que não somente estiveram próximos nas boas fases, mas que compreenderam e suportaram meus momentos de ausência, “stress”, tristeza ou mau humor, e que tiveram para comigo muita paciência e carinho, quero compartilhar a alegria da finalização de mais esta etapa.

“Não temas o progresso lento,
receia apenas ficar parado”
Provérbio chinês

SUMÁRIO

| | |
|--|-----------|
| LISTA DE ILUSTRAÇÕES | 10 |
| LISTA DE TABELAS | 11 |
| LISTA DE ABREVIATURA..... | 12 |
| 1 INTRODUÇÃO | 15 |
| 1.1 Objetivos | 16 |
| 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 17 |
| 2.1 Interação das células com a superfície | 17 |
| 2.2 Titânio como biomaterial | 20 |
| 2.3 Propriedades de superfície dos implantes de Ti | 26 |
| 2.4 Energia de Superfície | 30 |
| 2.5 Teoria do ângulo de contato | 33 |
| 2.6 Influência da Rugosidade | 39 |
| 2.7 Parâmetros para quantificar a rugosidade | 42 |
| 2.8 Tratamento das Superfícies dos implantes dentários | 46 |
| 3 MATERIAL E MÉTODOS | 47 |
| 3.1 Preparação das amostras | 48 |
| 3.2 Caracterização das amostras | 49 |
| 4 RESULTADOS | 52 |
| 4.1 Molhabilidade da Superfície | 52 |
| 4.2 Rugosidade | 56 |
| 4.3 Análise da Morfologia | 58 |
| 5 DISCUSSÃO | 61 |
| 6 CONCLUSÃO..... | 72 |
| 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 73 |

8. ANEXOS 82

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

| | | |
|-------------|---|----|
| FIG. 1. | Interface osso-implante | 21 |
| FIG. 2. | Representações das tensões superficiais e ângulo de contato e molhabilidade | 35 |
| FIG. 3. | Esboço representativo da Rugosidade Média (Ra) | 43 |
| FIG. 4. | Esboço representativo do Parâmetro Rz | 44 |
| FIG. 5. | Representação do Parâmetro Ry | 45 |
| FIG. 6. | Representação do Parâmetro Rt | 45 |
| FIG. 7. | Cilindros TiCp | 48 |
| FIG. 8. | Microscópio eletrônico JEOL | 49 |
| FIG. 9. | Rugosímetro a laser | 50 |
| FIG. 10. | Goniômetro usado para medida do ângulo de contato | 50 |
| FIG. 11. | Substâncias usadas para medida do ângulo de contato | 51 |
| FIG. 12. | Ti cp grau 2 com superfície polida | 58 |
| FIG. 13. 1. | Ti cp grau 2 – superfície dos cilindros submetida com ataque ácido semelhante ao implante Master Porous | 59 |
| FIG. 13. 2. | Ti cp grau 2 – superfície dos cilindros submetida com ataque ácido semelhante ao implante Master Porous | 59 |
| FIG. 14. 1. | Ti cp grau 2 – superfície dos cilindros submetida NaF..... | 59 |
| FIG. 14. 2. | Ti cp grau 2 – superfície dos cilindros submetida NaF..... | 59 |
| FIG. 14. 3. | Ti cp grau 2 – morfologia da superfície tratada com NaF. Pode observar microcavidades devidos ao ataque ácido | 59 |
| FIG. 15. 1. | Ti cp grau 2 – morfologia da superfície anodizada | 60 |
| FIG. 15. 2. | Ti cp grau 2 – morfologia da superfície anodizada | 60 |
| FIG. 16. | Variação do ângulo de contato com Rugosidade..... | 68 |
| FIG. 17. | Variação do ângulo de contato com Rugosidade..... | 69 |

LISTA DE TABELAS

| | | |
|---------|--|----|
| TAB. 1. | Propriedades físicas e químicas do titânio | 22 |
| TAB. 2. | Composição química do titânio comercialmente puro | 23 |
| TAB. 3. | Variação da rugosidade (Ra), torque para remover os Implantes colocados em coelhos e percentuais da superfície recoberta com células | 42 |
| TAB. 4. | Valor médio e desvios padrão do ângulo de molhabilidade dos diferentes grupos | 52 |
| TAB. 5. | Análise comparativa da molhabilidade das amostras dos diferentes grupos. Análise estatística com o teste t..... | 53 |
| TAB. 6. | Valores dos parâmetros de rugosidade dos diferentes grupos de amostras | 56 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ABREVIATURAS

| | |
|-------------|--|
| ANOVA - | Análise de variância |
| MEV – | Microscópio eletrônico de Varredura |
| Ti cp – | Titânio comercialmente puro |
| Ti-6Al-4V - | Titânio alumínio e vanádio |
| RA - | Parâmetro de rugosidade média |
| RZ – | Parâmetro de rugosidade média das distâncias verticais |
| RT – | Parâmetro de rugosidade – rugosidade total |
| RY – | Parâmetro de rugosidade – rugosidade máxima |
| R3z – | Parâmetro de rugosidade - rugosidade média do terceiro pico e vale |
| JEOL – | Marca do fabricante do microscópio eletrônico de varredura – IME |
| EDS – | Energy Dispersive Spectroscopy |

SÍMBOLOS

| | |
|-----------------|--|
| F - | Razão entre a fonte de variação entre tratamentos e a fonte de variação dentro dos tratamentos |
| Gl - | Grau de liberdade |
| p - | Nível de significância |
| Å - | Ângstron |
| γ_{SG} – | Tensão superficial sólido/vapor |
| γ_{LG} – | Tensão superficial líquido/vapor |
| γ_{LS} – | Tensão superficial líquido/sólido |

RESUMO

Têm-se verificado a ocorrência de falhas dos implantes dentários e estas geralmente ocorrem nos períodos iniciais após a implantação ou no primeiro ano de aplicação da carga. Para minimizar esta perda os implantes dentários são submetidos ao tratamento da superfície. Os estudos têm demonstrado que as respostas biológicas à superfície dos implantes nas fases primárias da osseointegração são de suma importância para o sucesso clínico dos implantes endósseos. As pesquisas atuais na área da implantodontia buscam identificar procedimentos que proporcionem uma reparação óssea rápida, guiada e controlada. Mesmo assim, um meio de diminuir as falhas primárias dos implantes é a otimização do comportamento do Ti, para isto acontecer é necessário uma melhor compreensão das características de superfície dos implantes, tais como a determinação dos efeitos da molhabilidade na superfície do implante, composição, rugosidade e topografia sobre as respostas biológicas iniciais, como a proliferação celular, diferenciação, produção de matriz extracelular, maturação e calcificação óssea. Este trabalho visa analisar a influência da morfologia da superfície na molhabilidade do titânio comercialmente puros utilizados nos implantes osseointegráveis. Para tanto, amostras de titânio foram submetidas aos tratamentos de superfície empregados nos implantes comerciais anodizados, tratados com fluoreto e ataque ácido.

ABSTRACT

The current researches in the area of the implantology are look for to identify procedures to provide a fast bone repairing, guided and controlled. But in some case was observed the occurrence of fails and these usually occurs in the initial periods after the implantation or in the first year of application of the load. To minimize the dental implants loss they are submitted to the treatment of the surface. The studies have been showed that the biological answers to the surface of the implants in the primary phases of the healthy osseointegration are very important to the clinical success of the implants. To reduce the primary fails of dental implants it is necessary to optimize their behavior. It is important to understand the characteristics of implants surface, such as the determination of the effects of the surface energy, composition, rugous and topography on the biological answers, as the cellular proliferation, differentiation, production of extracelular matrise, maturation and bone calcification. The objective of this work is to analyze the influence of the commercial pure titanium surface treatment in the superficial wet ability of dental implants. Samples of titanium have been submitted to three surface treatments: anodizing, acid etching and fluoride.

1 INTRODUÇÃO

A utilização de metais para fabricação de implantes cirúrgicos não é recente, embora somente a partir da década de 30, através dos avanços na tecnologia na produção de ligas cobalto-cromo, estas ligas começaram a ser utilizadas como implantes com redução drástica no índice de perdas. Entretanto, para que haja sucesso nos procedimentos é necessário entender a influência de algumas características fundamentais do material, tais como a biocompatibilidade, a dureza, a resistência à corrosão, a resistência ao desgaste e a resistência à fratura.

Muitos estudos têm enfatizado o emprego do titânio e suas ligas na implantodontia e os resultados obtidos comprovam a eficácia no que tange à biocompatibilidade. Entretanto, ainda pairam dúvidas no que diz respeito às propriedades físicas ideais das superfícies dos implantes de titânio para se obter uma biofixação adequada.

Cabe preliminarmente assinalar que diversos são os fatores que influenciam a biocompatibilidade dos materiais, dentre os quais se destacam as propriedades químicas, mecânicas e físicas da sua superfície.

Neste trabalho amostras de implantes foram submetidas aos tratamentos de anodização, imersão em solução contendo fluoreto e ataque ácido. Os resultados demonstram que os tratamentos superficiais dos implantes são benéficos em relação à molhabilidade, o que pode melhorar o desempenho dos implantes em relação aos sem tratamento.

1.1 OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é avaliar a influência da morfologia da superfície na molhabilidade do titânio comercialmente puro usado na fabricação dos implantes osseointegráveis .

2 REVISÕES BIBLIOGRÁFICAS

2.1 INTERAÇÃO DAS CÉLULAS COM A SUPERFÍCIE

Embora a utilização de metais para fabricação de implantes não seja recente, estes somente começaram a ser utilizados em larga escala a partir da década de 30 com o emprego das ligas CoCr e CoCrMo. Para entender as razões dos sucessos e causas das perdas dos implantes, é necessário analisar as propriedades fundamentais dos materiais usados na fabricação, tais como a biocompatibilidade, dureza, resistência à corrosão, resistência ao desgaste e resistência à fratura.

Entre os materiais usados na fabricação dos implantes dentários há predominância do emprego do titânio e suas ligas e os resultados obtidos comprovam a eficácia destes metais no que tange à biocompatibilidade. Diversos são os fatores que influenciam a biocompatibilidade do titânio, dentre os quais se destacam as propriedades químicas, mecânicas e as características específicas da camada de óxido da superfície, as quais serão a seguir analisadas.

Sabe-se que a composição química da superfície, a energia da superfície e a topografia da superfície governam a resposta biológica dos materiais usados nos implantes. Na análise da interação entre os tecidos hospedeiros e os implantes é importante considerar alguns parâmetros, entre eles:

- 1º) características da morfologia da superfície como rugosidade;
- 2º) existência e intensidade do movimento do implante em relação aos tecidos adjacentes para garantir a estabilidade da interface; e,
- 3º) fatores químicos e cristalinos associados com a composição e a estrutura dos óxidos.

O primeiro fator pode ser considerado como a compatibilidade morfológica. O segundo e terceiro fatores são documentados como uma compatibilidade mecânica e uma compatibilidade biológica, respectivamente. Estas três compatibilidades são requeridas para que haja um sistema de implante bio-funcional com características adequadas.

Além do material, segundo Gristina (1987), a adesão e a expansão celular são parâmetros importantes que a engenharia tecidual analisa. Em alguns casos, a baixa eficiência da interação entre o biomaterial e os tecidos hospedeiros é freqüente devido à fraca interação do implante com as células. A integração do tecido com o implante é condicionada à adesão, absorção e habilidade das células expandirem nas superfícies do implante, ou seja, o comportamento dos tecidos nas superfícies dos biomateriais depende das interações iniciais entre as células e o implante, correlacionadas com propriedades de superfície.

O sucesso do implante não depende somente das propriedades químicas da superfície do implante e da energia livre de superfície, mas também de sua rugosidade.

As propriedades da superfície dos biomateriais apresentam influência no processo de adesão das células adjacentes. No entanto muito pouco se sabe a respeito das inúmeras características da superfície do titânio que promovem a interação entre o tecido e o implante.

Portanto, para o estudo da implantodontia há necessidade de se iniciar pela introdução das informações básicas relacionadas às aplicações e propriedades do titânio, visto que, atualmente, os implantes odontológicos são fabricados com titânio comercialmente puro ou com suas ligas. De acordo com Ravnholt (1988), o titânio comercialmente puro (Ti cp) e as ligas de titânio com alumínio e vanádio (Ti-6Al-4V),

passaram a ser os metais de escolha para confecção da parte endóssea dos implantes dentais. Isso ocorreu devido às suas propriedades biomecânicas, possibilidades de tratamento e acabamento superficial do implante, além da facilidade para realizar os procedimentos de esterilização.

De acordo com Lim e Oshida (2001) o estudo da ligação das células ao titânio é de suma importância na área que envolve o entendimento do comportamento dos implantes dentários. Para que os implantes dentários produzam resultados positivos, é necessário que a superfície promova resposta desejável das células e dos tecidos que contatam os implantes. Os comportamentos celulares, tais como adesão, mudança morfológica, alteração funcional e proliferação são extremamente afetadas pelas propriedades da superfície tais como morfologia, aspereza e energia livre.

De acordo com Deligianni et al (2001), a produção de superfícies que possibilitem respostas plausíveis das células que estão em contato com o implante, têm sido um dos objetivos primordiais no que tange ao planejamento de um sistema de implantes. O autor enfatiza ainda que a composição e a estrutura dos óxidos da superfície do biomaterial exercem uma função de suma importância nos fenômenos que ocorrem na interface durante a resposta biológica.

Os testes para avaliar a biocompatibilidade são de extrema importância no desenvolvimento dos materiais para implantes, não apenas como um critério que aprove ou rejeite o material ou dispositivo, mas como um conjunto de procedimentos que permita caracterizar corretamente o desempenho biológico do material e estabelecer critérios para identificação, eliminação ou determinação dos limites toleráveis de reações adversas para determinado material ou dispositivo.

Além da biocompatibilidade, os biomateriais devem possuir biofuncionalidade, ou seja, a capacidade de desempenhar apropriadamente a função desejada dadas as suas propriedades mecânicas, físicas e químicas.

O conceito relacionado à biocompatibilidade tem sofrido evolução, atualmente, entende-se como biocompatibilidade a característica do material que, usado em aplicações específicas, desenvolve respostas teciduais adequadas com os sistemas hospedeiros. É importante que em algumas aplicações, os materiais biocompatíveis não devem necessariamente ser absolutamente inertes e inócuos, eles devem interagir com as células do tecido hospedeiro.

2.2 TITÂNIO COMO BIOMATERIAL

Para Williams (1994), mesmo sendo a resistência à corrosão um pré-requisito essencial para garantir a biocompatibilidade do material, necessário se faz levar em consideração outras propriedades de vital importância. A validação do titânio como material biocompatível leva em consideração sua excelente resistência à corrosão, que limita a quantidade de íons titânio liberados para os tecidos na maioria das circunstâncias, e a sua inatividade biológica, algumas vezes denominada “indiferença biológica”.

De acordo com Williams (1994), o Ti cp foi descrito como sendo um biomaterial que pode ser efetivamente utilizado como implante com um mínimo de risco em condições bem definidas. Entretanto, verifica-se que, principalmente quando grandes quantidades de íons de titânio são liberadas, como resultado da deterioração ou desgaste, o percentual de titânio observado no sangue ou nos tecidos aumenta, embora a significância clínica e toxicológica não sejam claras. O

autor enfatizou que nenhum material é totalmente biocompatível, e entre eles inclui-se o titânio.

Segundo Albrektsson e Jacobson (1997) um ano após a implantação, a região entre o osso e o implante é composta pelo corpo do implante contendo 99,9%Ti, camada de óxido do metal TiO_2 com espessura da ordem de 100 \AA , proteoglicano com espessura na ordem de 10^2 \AA , tecido conjuntivo fibroso com espessura na ordem de 10^6 \AA , osso desorganizado e osso harversiano, como esquematizado na figura 1.

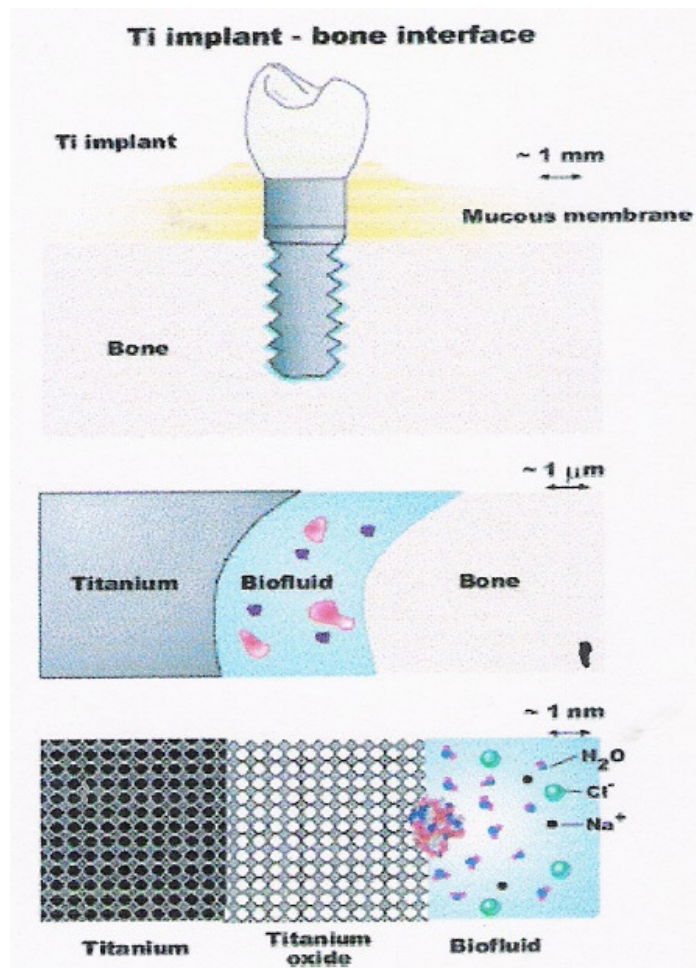


Figura 1 - Interface osso-implante - ALBREKTSSON, T.; JACOBSON, M. (1997).

O titânio à temperatura ambiente possui estrutura cristalina hexagonal compacta. Este metal tem peso atômico 47,9 e é o nono elemento mais abundante

da natureza e o quarto elemento metálico estrutural mais abundante na camada externa da terra. As principais propriedades do titânio de interesse como biomaterial são mostradas na Tabela 1. Na Tabela 2 são mostradas a composição química do titânio comercialmente puro empregado na fabricação de implantes dentários.

| Propriedades | Ti |
|---|-----------|
| Número atômico | 22 |
| Configuração eletrônica externa | $3d^2s^2$ |
| Peso atômico | 47,90 |
| Densidade do sólido a 20°C, g/cm ³ . | 4,43 |
| Volume atômico, cm ³ | 10,81 |
| Ponto de fusão, °C. | 1668 |
| Ponto de ebulição, °C. | 3260 |
| Potencial de ionização, eV | 6,83 |
| Ti ⁴⁺ | 13,58 |
| Ti ³⁺ | 27,49 |
| Ti ²⁺ | |
| Eletronegatividade | 1,6 |
| Potenciais padrões, e ^o , volts | |
| Para $M + 2H_2O \leftrightarrow MO_2 + 4H^+ + 4e^-$ | 0,86 |
| $4e^-M \leftrightarrow M^{4+} + 4e^-$ | |
| $M \leftrightarrow M^{2+} + 2e^-$ | 1,63 |

| | |
|-----------------------------------|------|
| Raio iônico, A Ti ⁴⁺ | 0,68 |
| Ti ³⁺ | 0,76 |
| Ti ²⁺ | 0,80 |
| Raio metálico (coordenação 12), A | 1,47 |

Tabela 1 – Propriedades físicas e químicas do titânio

| Composição Máxima (% p/p) | | | | | | | | |
|---------------------------|---------|-----------------------|--------|-----------------------|--------|-----------------------|--------|-----------------------|
| | Grau 1 | | Grau 2 | | Grau 3 | | Grau 4 | |
| | Chapa | Barra ou Tarugo | Chapa | Barra ou Tarugo | Chapa | Barra ou Tarugo | Chapa | Barra ou Tarugo |
| Nitrogênio | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 |
| Hidrogênio | 0,015 | 0,0125 | 0,015 | 0,0125 | 0,015 | 0,0125 | 0,015 | 0,0125 |
| Oxigênio | 0,18 | 0,18 | 0,25 | 0,25 | 0,35 | 0,35 | 0,40 | 0,40 |
| Carbono | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 |
| Ferro | 0,20 | 0,20 | 0,30 | 0,30 | 0,30 | 0,30 | 0,50 | 0,50 |
| Titânio | Balanço | | | | | | | |

Tabela 2 – Composição química do titânio comercialmente puro. Adaptado da Norma ASTM F67.

De acordo com Klokkevold et al (1997), com o intuito de maximizar a quantidade e qualidade da interface osso-implante, inúmeras alterações da superfície têm sido propostas, na sua maioria baseadas na teoria de que uma melhor e mais rápida osseointegração pode ser alcançada mediante alteração da topografia ou rugosidade do implante.

Ong et al (1996) realizaram estudos no qual foi constatado que a modificação da superfície do titânio aumenta a justaposição óssea e a adesão e migração das células. Com a modificação da composição química da superfície do titânio, foram observadas taxas diferentes de adesão celular. Entretanto, pouco é conhecido sobre as respostas bioquímicas das células em relação às outras propriedades de superfície, como espessura do óxido, topografia da superfície, ou as mudanças de superfície que podem ocorrer após a de implantação.

Taborelli et al. (1997) analisaram as propriedades do Ti cp submetido a vários tratamentos com o objetivo de aperfeiçoar a topografia para aplicação em implantodontia oral. Neste estudo foram analisadas a rugosidade, a composição química da superfície e a molhabilidade de espécimes de Ti preparados por polimento mecânico, ataque ácido (HCl / H₂SO₄), jateamento seguido de ataque ácido e “plasma spray” de Ti. Estes pesquisadores observaram através da análise por espectroscopia que todas as amostras possuíam na superfície TiO₂ e pequenos teores de C, S, Si e Ca como impurezas. Detectou-se também que os espécimes que sofreram ataque ácido apresentaram maior percentual de hidrogênio abaixo da camada superficial do óxido. Os tratamentos realizados influenciaram na rugosidade da superfície das amostras, mas preservaram a composição química e a molhabilidade da camada superficial do óxido de Ti.

Segundo Kilpadi et al. (1998), a caracterização das superfícies é necessária, devido à ampla variedade de protocolos de tratamentos dos implantes de Ti. Isso se justifica pela necessidade de se obter as respostas biológicas correspondentes.

Sykaras et al (2000) enfatizam que vários metais e ligas metálicas anteriormente utilizadas na confecção de implantes dentais induziram reações adversas aos tecidos. Salientam ainda que os baixos índices de sucesso

praticamente os afastaram das aplicações clínicas na área de odontologia. Diante disso, tem-se verificado que metais e ligas metálicas, tais como o ouro, o aço inoxidável e a liga de cobalto-cromo, não são mais utilizadas na fabricação dos implantes orais.

De acordo com Elias e Lima (2001) o aumento do emprego de titânio como biomaterial está ligado às suas propriedades, tais como o baixo módulo de elasticidade, a excelente biocompatibilidade, grande resistência à corrosão e facilidade para que ocorra a osseointegração.

Para Carvalho et al. (2001), para explicar o desempenho dos implantes devem-se levar em consideração as características da superfície do titânio e as mudanças possíveis após os diferentes tipos de tratamento. Os tratamentos de superfície têm como objetivo maximizar a qualidade da interface osso-implante e diminuir o período não funcional do implante.

Lampin et al (1997) cita que a medida do grau de molhabilidade é um dos parâmetros de avaliação da biocompatibilidade de um material e esta medida é expressa pelo ângulo de contato que um líquido forma sobre a superfície do material. Com relação às medidas de ângulo de contato, é importante salientar que o ângulo de contato é controlado pela composição química da superfície e geometria. Quando o ângulo de contato alcança um valor constante para determinada situação, é possível obter o equilíbrio termodinâmico na interface.

2.3 PROPRIEDADES DE SUPERFÍCIE DOS IMPLANTES DE Ti

Segundo Lim e Oshida (2001), considerando que os biomateriais são utilizados em organismos vivos e entram em contato com as células por um longo tempo, é necessário que eles sejam inofensivos ao organismo e suas propriedades mecânicas devem ser maximizadas. Além disso, eles devem apresentar efeito biológico capaz de prover circunstâncias favoráveis ao carregamento funcional e garantir a interação diferenciada com as células no local do implante.

Keller et al (1990) salientam que a superfície dos implantes exerce influência crucial nas interações biológicas por quatro razões. Primeiro pelo fato da superfície do biomaterial quando é retirado da embalagem de proteção entrar em contato com o meio-ambiente, com isto há possibilidade de ocorrer à absorção de impurezas. Segundo, devido ao fato da região da superfície de um biomaterial sempre apresentar composição química diferente da parte interna, ocorrendo em alguns casos contaminação. Terceiro, existem possibilidades dos biomateriais liberarem substâncias biologicamente tóxicas e estas substâncias governarem a resposta biológica e em quarto lugar porque algumas propriedades da superfície como as topografias afetam a estabilidade mecânica da interface do tecido-implante.

Keller et al (1990) enfatizam que os métodos de preparação da superfície do implante durante a fabricação e esterilização podem afetar de forma significativa as propriedades da superfície e subseqüentemente as respostas biológicas que iniciam na superfície.

As pesquisas têm mostrado que o sucesso ou o fracasso dos implantes dentários pode estar relacionado não apenas às propriedades químicas da superfície do implante, mas também às características micro-morfológicas (BUSER

et al, 1991). Estas características afetam o comportamento das células e os tecidos respondem aos vários tipos de biomateriais de modo diferente. Em todas as respostas celulares, a adesão celular é considerada a resposta mais importante e necessária para o desenvolvimento da rigidez do osso na interface com o implante (Cheroudi, Gould & Brunette, 1988).

De acordo com Schwartz & Boyan (1994), para que ocorra a formação de tecido ósseo na superfície do implante, é necessário que haja o recrutamento e a proliferação de células precursoras de osteoblastos, que estas células se diferenciem em osteoblastos e produzam matriz extracelular não mineralizada, que será subsequentemente calcificada. Tais eventos sofrem grande influência das propriedades da superfície dos implantes de Ti, tais como, a composição química, energia de superfície e a textura da superfície, uma combinação entre topografia e rugosidade.

A liga de Ti possui propriedades mecânicas superiores às do Ti cp e os trabalhos de caracterização da superfície por meio de vários métodos mostram que não há diferença superficial entre ambas. Porém, existem resultados discrepantes com relação às avaliações da biocompatibilidade *in vivo* e *in vitro* do Ti cp e da liga de Ti, igualmente, os resultados que envolvem a cultura de osteoblastos apresentam resultados discrepantes (Keller et al, 1994).

Estudos realizados por Eisenbarth et al (1996), utilizando cultura de fibroblastos demonstraram que a liberação de íons de vanádio, a partir de superfícies de liga de Ti6Al4V, causaria efeito negativo na adesão celular.

Thompson & Puleo (1996) através de seus estudos também verificaram que os íons liberados pela liga de Ti podem inibir o fenótipo osteogênico das células do

estroma medular ósseo *in vitro*, sugerindo que a liberação de íons a partir dos implantes poderia prejudicar a formação óssea.

Segundo Ravnholt (apud Xavier, 2002), o titânio comercialmente puro e as ligas de titânio com alumínio e vanádio (Ti6Al4V), são os metais de escolha para confecção da parte endóssea dos implantes dentais. Tais metais têm sido utilizados, entre outros fatores, devido às propriedades biomecânicas, possibilidades de tratamento e acabamento do implante, assim como pela facilidade para procedimentos de esterilização. Mas existem diferenças das propriedades mecânicas entre os diferentes graus de pureza do Ti. Isto ocorre devido à presença de elementos de liga em pequenas quantidades. Com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas e físico-químicas dos implantes, faz-se a adição e controle do teor de nitrogênio, carbono, hidrogênio e ferro.

Segundo Davies (apud Xavier, 2002), a osseointegração está associada a três fenômenos ou mecanismos pelos quais os implantes intra-ósseos de Ti se integram ao osso. Tais fenômenos são a osteocondução, a neo-formação óssea e a remodelação. Durante a fase de osteocondução ocorre a migração das células para a superfície do implante, principalmente as células osteogênicas em diferenciação, provenientes do tecido ósseo vizinho e tecido conjuntivo perivascular. A migração ocorre por meio da rede de fibrinas. Dessa forma a superfície do implante se torna envolta por um conjunto de células osteogênicas antes do início da produção da matriz óssea. Posteriormente, inicia-se a neo-formação óssea, a partir da secreção de uma matriz orgânica sem colágeno pelas células osteogênicas. Esta matriz, que é constituída principalmente por osteopontina (OPN) e sialoproteína óssea (BSP), fornece sítios para a nucleação de fosfato de cálcio, sendo seguida pela formação de cristais, e só então há a formação de colágeno e sua subsequente mineralização.

A terceira fase de cicatrização, a remodelação óssea, é de particular importância para a estabilidade em longo prazo do implante.

O titânio ao ser exposto aos meios oxidantes forma uma camada superficial de óxido com espessura de 10 a 100 Å. Esta camada apresenta excelente passivação à maioria dos meios, isto é, se mantém estável aos diferentes meios, principalmente nas condições fisiológicas.

Cirurgicamente, a superfície de titânio comercialmente puro ou liga de titânio mantém a camada de óxido imutável, sem mudança significativa na espessura e não apresenta processo de corrosão. Esta camada de óxido tem a espessura controlada durante a fabricação, é responsável pela interação implante/tecido e garante o fenômeno da osseointegração. Na superfície do titânio são formados 7 tipos de óxidos: óxido amorfo, óxido com estrutura cúbica (TiO), sesquióxido com estrutura hexagonal (Ti₂O₃), dióxido tetragonal (TiO₂ – anatásio), dióxido ortorrômbico (TiO₂ – broquita), dióxido tetragonal (TiO₂ – rutilo), óxido não estequiométrico (Ti_xO_y). Destes, apenas o rutilo apresenta biocompatibilidade.

Apesar de o titânio ser extensivamente usado como biomaterial, ainda existem dúvidas quanto a sua resposta biológica. Uma das propriedades analisadas, sem resposta conclusiva, tem sido a influência da qualidade, composição e espessura da camada superficial de óxido que recobre o implante.

2.4 ENERGIA DE SUPERFÍCIE

Considerando que a biocompatibilidade e em especial os mecanismos envolvidos na osseointegração dependem da interação das células com a superfície do biomaterial, é importante analisar a molhabilidade da superfície e os parâmetros que a influenciam.

O arranjo dos átomos na superfície dos metais apresenta forma diferenciada quanto à disposição atômica em relação ao volume interno. Este tipo de diferença acaba ocasionando a elevação do nível de energia livre na superfície, fazendo com que ocorra uma tendência maior na adsorção dos átomos e moléculas estranhas. Isto ocorre devido ao fato de que quanto maior a energia por unidade de superfície do metal, maior será a possibilidade de surgirem reações entre a superfície do material e o hospedeiro. Além disso, podem ocorrer modificações na composição do revestimento original.

Segundo Eisenbarth et al (1996) é de suma importância o conhecimento das propriedades da superfície dos biomateriais, mais precisamente no que diz respeito às propriedades de adesão e molhabilidade. Os autores salientam que para que se determinem tais propriedades, existem técnicas, dentre as quais se podem citar a que mede o ângulo de contato resultante entre uma gota de um líquido depositado sobre a superfície do material. Com a medida do ângulo formado por esta gota e com auxílio de modelos físico-matemáticos é possível inferir sobre os valores da energia de superfície.

O efeito da energia superficial do titânio foi considerado inicialmente por Baier et al (1988). Hartman (1989) e Bagnall (1983) através de estudos pesquisaram a influência da composição e da energia livre superficial de outros sistemas de

implantes. Verificaram através de observações histológicas que os implantes com alta energia de superfície, possuem camadas de proteínas com uma espessura maior do que os com baixa energia. Isso deixou claro para os estudiosos que a atividade celular sofre variação com a energia livre superficial da amostra.

Pesquisas realizadas por Baier & Meier (1988) e Uitto et al (1992) explicaram a influência da energia da superfície do material do implante sobre o comportamento celular. Os autores verificaram que estas propriedades têm um efeito na configuração e conformação das proteínas adsorvidas sobre o substrato. Segundo Den Braber et al (1995), estas proteínas desenvolvem uma importante função durante a adesão celular. Observou também que a molhabilidade da superfície do implante é preliminarmente determinada pela natureza da camada mais externa de átomos do material, sendo independente da natureza química ou do arranjo de átomos e moléculas interiores.

Lampin et al (1997) salientam que um dos parâmetros imprescindíveis para se avaliar a biocompatibilidade de um material é a mensuração da molhabilidade. Essa mensuração é expressa pelo ângulo de contato que um líquido forma sobre a superfície do material.

De acordo com Kilpaldi et al (1998) pode ocorrer alterações nas propriedades de molhabilidade com a realização de tratamentos sobre a da superfície do Ti.

Segundo Boyan et al (1996) os comportamentos do soro fisiológico em contato com a superfície do material são influenciados pela energia de superfície, a qual é sensível à rugosidade e topografia da superfície do implante.

Deligianni et al (2001) cita a albumina como um agente carreador das proteínas menores, lipídios e mantenedora tampão do pH do sangue. A albumina influencia também nas atividades da fibronectina, a qual está envolvida com a

adesão celular. Segundo estes autores, a concentração de albumina no soro humano é cerca de 100 vezes maior do que a de fibronectina. Quando o implante é inserido no alvéolo cirúrgico, a albumina seria a primeira proteína a ter contato com a superfície de uma amostra devido à sua alta concentração e ao seu baixo peso molecular. Conseqüentemente é necessário que a superfície receba tratamento que permita o contato destas proteínas com o biomaterial.

Para Forrest (1981) para minimizar a corrosão do Ti é necessário um processo de passivação da superfície. Tal processo sobre superfícies de implantes confeccionados a partir de um processo de usinagem, diminui a corrosão, remove cavacos e pequenos defeitos de usinagem que não foram retirados por técnicas de limpeza convencionais. É importante que as soluções químicas usadas na passivação alterem a molhabilidade da superfície.

Kilpadi et al. (1998) avaliaram os efeitos da passivação e do processo de esterilização a seco (205°C por 3 horas) sobre a topografia e a energia de superfície de implantes de Ti cp grau 2. Os autores observaram que os valores da rugosidade foram menores nas superfícies que foram esterilizadas sem prévia passivação, e que a passivação combinada com a esterilização aumenta a energia de superfície, uma propriedade desejável para os implantes ósseos.

Kilpadi & Lemons (1994) concluíram que as superfícies do Ti cp apresentam maior energia de superfície após a passivação por ácido nítrico a 30% por 20 minutos à temperatura ambiente.

Alguns pesquisadores defendem que a rugosidade da superfície do Ti oferece uma melhor adesão para a rede de fibrina, por onde migram os osteoblastos para as proximidades da superfície do implante a fim de secretar matriz óssea, dando início à formação da interface osseointegrada (Davies, 1998; Carvalho et al., 2001). Park &

Davies (2000) citam que estas interações precoces entre o coágulo contendo hemácias, plaquetas e fatores de crescimento com a superfície do implante, têm um papel importante no estágio da osteocondução sobre os implantes de superfície rugosa.

Estudos realizados por Hallab et al. (2001) demonstraram que a energia livre de superfície é a característica mais importante do que a rugosidade da superfície para induzir a adesão celular e proliferação. Nestes estudos foram testados os componentes de energia de superfície de vários materiais com o objetivo de verificar a força de adesão celular.

Schakenraad et al. (1988) em seus estudos, verificaram que, apesar do grande número de parâmetros que interferem na adesão e expansão celular, a energia livre da superfície é aparentemente um fator dominante para a ligação celular, até mesmo se a superfície sólida estiver coberta por uma camada de proteína.

Webb et al (1998) estudaram a importância relativa da molhabilidade da superfície por fibroblastos. Para isto foi mostrado que a ligação e expansão das células eram significativamente maiores em superfícies hidrofílicas do que em superfícies hidrofóbicas, e que as superfícies moderadamente hidrofílicas promoveram maior nível mais alto de ligação celular.

2.5 TEORIA DO ÂNGULO DE CONTATO

A molhabilidade das superfícies pode ser quantificada pelo ângulo de contato de um líquido com o substrato sólido. A molhabilidade da superfície é largamente dependente da energia de superfície e influencia o grau de contato entre o implante

e o ambiente fisiológico; quanto maior a molhabilidade, maior é a interação da superfície do implante com o ambiente biológico. Em conseqüência, a tensão crítica da superfície pode ser usada para avaliar a energia da superfície. (Schrader, 1992)

Segundo Aurenty et al (1997), o ângulo de contato é um parâmetro importante que determina a qualidade do umedecimento de um sólido por um líquido. Quando este parâmetro alcança um valor constante para uma determinada situação, o equilíbrio termodinâmico na interface é obtido.

Diversas teorias sobre o ângulo de contato têm sido propostas. O equilíbrio entre as forças atrativas entre as partículas do fluido e as do sólido faz com que o fluido formasse um determinado ângulo com o sólido. É possível também, o ângulo de contato à energia de superfície.

Não se pode negar que a medida e a interpretação dos ângulos de contato são assuntos de extrema complexidade, mas através do desenvolvimento de técnicas experimentais e proposta de modelos teóricos é possível entender os mecanismos envolvidos e correlacionar o ângulo de contato com a superfície e até mesmo com a limpeza da superfície do material.

Uma característica importante que fornece informações sobre a molhabilidade é a existência da histerese do ângulo de contato, a qual fornece correlações entre a energia, rugosidade e heterogeneidade das superfícies.

Os ângulos de contato com água foram medidos em vários materiais (metais, ligas metálicas e polímeros) por Krell (1967), o qual propôs uma relação empírica entre o ângulo de contato e a profundidade média da rugosidade do sólido. Ele determinou que o ângulo de contato da água com o aço inoxidável era de 50° e poderia ser aumentado para 90°, apenas aumentando a rugosidade da superfície da ordem de 2 µm. O objetivo do trabalho foi determinar um tratamento de superfície

que produzisse total molhabilidade e que também reduzisse os efeitos de quebra do filme líquido devido aos gradientes de tensão superficial.

De acordo com Morra et al (1990), tanto a medida quanto a interpretação do ângulo de contato é encarado como um tema de profunda complexidade. Durante certo tempo, houve muita controvérsia sobre o real significado dos ângulos de contato e até que ponto este parâmetro poderia ser considerada uma propriedade termodinâmica. Os autores salientam que, com a possibilidade de se medir os ângulos de contato e com os avanços ocorridos na teoria da físico-química de interfaces é possível entender melhor a relação entre o ângulo de contato e a molhabilidade.

Importante se faz mencionar que o ângulo de contato entre uma gota de um líquido e uma superfície sólida vai depender da relação entre as forças adesivas, que fariam a gota se espalhar sobre a superfície e as forças coesivas do líquido que contraem a gota na forma de uma esfera com superfície mínima. Caso a gota repouse sobre uma superfície homogênea nivelada de forma perfeita, o ângulo de contato depende das tensões, entre o líquido e a superfície sólida em qualquer ponto da linha que separa fases sólidas e líquidas, bem como das tensões entre o sólido e a fase de vapor, conforme representado na figura 2.

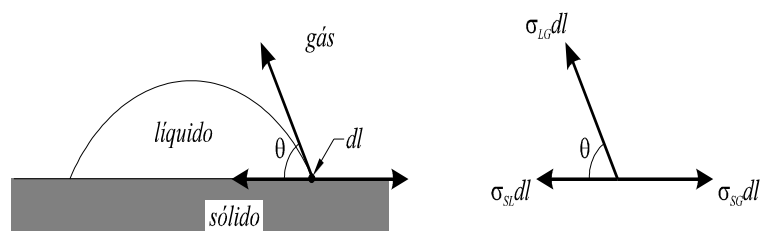


Figura 2 - Representações das tensões superficiais e ângulo de contato e molhabilidade (adaptado do site Universidade de Lisboa)

No equilíbrio as tensões superficiais são representadas pela equação de Young:

$$\gamma_{SG} = \gamma_{SL} + \gamma_{LG} \cos \theta \quad \text{Equação 1}$$

Quando há expansão do líquido, o ângulo de contato é maior (ângulo de contato avançando) do que quando a gota fica contraída (ângulo de contato se retraindo). Neste caso, a histerese do ângulo de contato, medida como a diferença entre os ângulos de contato avançando e retraído é interpretada como uma seqüência de heterogeneidades geométricas e de energias superficiais do sólido. O ângulo de molhabilidade do líquido sobre o sólido se ajusta por si mesmo de modo que a soma das forças é igual à zero. Esta inter-relação para o estado de equilíbrio é descrita pela equação de Young (Θ_Y).

Segundo Morra et al (1990), a histerese do ângulo de contato é uma ferramenta de suma importância para gerar subsídios a respeito da rugosidade e energia de superfícies.

Para Li e Neumann (1996), o ângulo de contato aparente, observado através de experimentos, pode ser igual ou não ao ângulo de contato de Young. Eles afirmam que nas superfícies sólidas ideais, não há histerese do ângulo de contato e os ângulos observados experimentalmente são iguais aos de Young. Nas superfícies lisas, mas quimicamente heterogêneas, Θ não é necessariamente igual ao ângulo de contato de equilíbrio termodinâmico. No entanto, o ângulo avançado Θ_a , determinado experimentalmente, é uma boa aproximação para Θ_Y . Nas superfícies rugosas não há igualdade entre o ângulo de contato avançado e o de Young.

Wenzel (1936) analisou a influência da rugosidade da superfície sobre o ângulo de contato aparente. Sua idéia partia da premissa de que "numa unidade de

área superficial (rugosa) há mais área e, portanto, há uma maior intensidade de energia de superfície, do que na mesma unidade de área de superfície lisa”. Diante disso, o autor propôs a equação atualmente conhecida como equação de Wenzel:

$$\gamma_{LG} \cos \theta_W = R (\gamma_{SG} - \gamma_{SL}) \quad \text{Equação 2}$$

onde Θ_W , o ângulo de Wenzel e R é o chamado fator de rugosidade, que relaciona a área superficial real à geométrica.

De acordo com Morra et al (1990), o efeito da rugosidade é o de aumentar as características de molhabilidade do sólido; isto é, o ângulo de Wenzel aumenta com o acréscimo da rugosidade se o ângulo de Young for superior a 90° e diminui se for inferior a 90° .

Além da rugosidade do material, existem outros fatores que podem causar histerese nas medidas do ângulo de contato: a penetração do líquido no sólido, especialmente se este for muito poroso, o embebimento do sólido pelo líquido e a presença de impurezas.

Segundo Carey (1992) a histerese do ângulo de contato nada mais é do que uma consequência da heterogeneidade ou aspereza da superfície. No que tange às superfícies metálicas, Ponter et al. (1967) realizaram medidas de ângulo de contato com diversos líquidos em cobre, em condições de refluxo total. Eles utilizaram a técnica da gota estática e observaram que para sistemas positivos, a transferência de massa provocou uma redução no ângulo de contato. Já nos sistemas negativos ocorreu o oposto.

Nicolaiewsky e Fair (1999) investigaram a influência do tratamento da superfície na molhabilidade de placas metálicas e cerâmicas, lisas e texturadas, planas e corrugadas, empregadas em colunas de destilação. Para tanto, utilizaram líquidos com propriedades físicas diversas, a fim de que os efeitos da tensão superficial e da viscosidade pudessem ser analisados. Foram realizadas medidas de ângulo de contato e de sua histerese, através da técnica da Placa de Wilhelmy, a que mede os ângulos de avanço e de retrocesso, através da medida de força e é função da profundidade de imersão do líquido. Foi constatado pelos autores que quanto maior a rugosidade, melhor a sua molhabilidade em relação a todos os líquidos testados.

A determinação experimental do ângulo de contato, seja pelo método da placa de Wilhelmy quanto pelo goniômetro, requer cuidados especiais em relação ao manuseio das superfícies sólidas, particularmente para os de alta energia superficial, como os metais. As superfícies não devem ser tocadas com os dedos, pois a matéria orgânica pode ser transferida, afetando o ângulo de contato.

Para Neumann & Good (apud Costa et al, 2002), o ar do laboratório deve estar limpo e todas as fontes de vapores de óleo devem ser evitadas. Além disso, os ângulos de contato devem ser medidos à temperatura ambiente (20 – 22°C) de modo que as tensões superficiais dos líquidos testados não variem durante o experimento.

2.6 INFLUÊNCIA DA RUGOSIDADE

Considerando que tanto a osseointegração e a molhabilidade, segundo alguns pesquisadores, dependem da rugosidade das superfícies. É importante fazer-se a descrição desta propriedade e definir os parâmetros de quantificação.

A rugosidade é uma importante propriedade no que tange aos fenômenos superficiais, pois possibilita o aumento da área superficial, afeta o coeficiente de atrito e proporciona a retenção mecânica de materiais estranhos.

O aumento da rugosidade do titânio induz à formação de uma superfície mais hidrofílica (McDonald et al., 1998), e o aumento desta hidrofilia resulta em menor adsorção de albumina (Serro et al., 1999). Serro et al. (1997) observaram também que há inibição do crescimento da camada de cálcio e fosfato sobre a superfície do Ti na presença de albumina.

De acordo com Elias e Lima (2001), tem-se procurado quantificar a influência da rugosidade na osseointegração a fim de se atingir a melhor condição superficial, mas até esta data não foi possível chegar a um consenso quanto ao melhor tratamento superficial e nível ideal de rugosidade.

O emprego do rugosímetro permite quantificar os diferentes parâmetros da rugosidade, sendo que a rugosidade média (Ra) é o parâmetro mais empregado no estudo da rugosidade superficial dos materiais dentários.

De acordo com Elias e Lima (2001), levando-se em consideração que a interação das células com o implante é afetada pela topografia em níveis macroscópicos e à rugosidade em nível microscópico, espera-se que o aumento da área superficial do implante, aumente o número de sítios possíveis para as células

se ligarem, facilite o crescimento dos tecidos e aumente a estabilidade mecânica. Porém, isto não é uma regra geral. Para os autores, 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 números de picos ou vales, mas, estes possuem superfícies lisas, as células, igualmente, não poderão se fixar.

Em se tratando da rugosidade, Morra et al (1990), enfatizam que a histerese do ângulo de contato é uma ferramenta de suma importância para gerar subsídios a respeito da rugosidade e energia de superfícies. O efeito da rugosidade é o de aumentar a molhabilidade do sólido.

Carey (1992) afirmou que a histerese do ângulo de contato nada mais é do que uma consequência da não-homogeneidade ou aspereza da superfície.

Hartman (1989); Bagnall (1983); Bowers (1992) e Silva (1999) analisaram a influência da rugosidade na adesão e morfologia das células osteoblásticas em amostras de titânio. Em seus trabalhos os espécimes foram polidos com lixa SiC 600, jateados com partículas de Al_2O_3 de diâmetro médio igual a $50\mu m$ e outras atacadas entre 1 a 10 minutos com diferentes ácidos. Estes pesquisadores constataram que após o tratamento com ácido e passivação química, a morfologia da superfície torna-se mais homogênea e não há diferença significativa na rugosidade das amostras imersas no ácido durante 5 e 10 minutos. Após 15 minutos de teste não há diferença na morfologia das células aderidas nas amostras. Mas,

após 120 horas, foi observado maior número de células aderidas nas amostras jateadas com Al_2O_3 do que nas tratadas com ácido.

Embora o aumento da rugosidade da superfície promova maior ancoragem, a resistência da interface implante-osso não pode ser atribuída exclusivamente a este parâmetro, como se podem observar os dados apresentados na Tabela 2. Constatase nesta tabela que os implantes usinados e jateados com partículas de Al_2O_3 de 25 e 250 μm , apresentam resistência aos torques praticamente iguais, apesar das rugosidades serem diferentes. Os implantes jateados com partículas de Al_2O_3 com 25 μm apresentaram maior área de contato osso-implante do que os tratados com partículas de Al_2O_3 com 250 μm , apesar do menor valor de Ra. A adesão de células de osteoblastos depende da rugosidade da superfície, mas, não é o único parâmetro que exerce influência, cujos resultados são mostrados na Tabela 3.

Chen et al. (apud Elias e Lima, 2001) analisaram a influência da rugosidade na resistência à corrosão de implantes de titânio. As amostras foram usinadas ou polidas para obtenção de macro rugosidades e micro rugosidades, respectivamente. A seguir, foram tratadas a 400 e 700°C durante 45 minutos e a temperatura ambiente durante 24 horas. Os ensaios de corrosão realizados em solução Hanks indicaram que as amostras tratadas a 400°C apresentaram a maior resistência à corrosão e a menor liberação de íons. Este comportamento foi atribuído ao aumento da espessura da camada de óxido. Constataram também que o aumento da rugosidade diminui a resistência à corrosão e que as amostras no estado como usinadas apresentaram a maior liberação de íons.

| | Ra (μm) | Resistência torque N.cm | <i>Superfície recoberta</i> |
|---|----------------------|---------------------------------------|---------------------------------|
| <i>Usinado</i> | 0,38 | 38,4 | |
| Jateado com partículas 25 μm TiO ₂ | 0,88 | 45,4 | |
| Jateado com partículas 25 μm Al ₂ O ₃ | 0,82 | 41,7 | 46,4% |
| Jateado com partículas 250 μm Al ₂ O ₃ | 2,11 | 39,8 | 39,2% |
| <i>Polido lixa SiC 60</i> | 1,15 | | |
| <i>Polido lixa 120</i> | 0,47 | | |
| <i>Polido lixa 600</i> | 0,14 | | |
| Jateado com partículas 50 μm Al ₂ O ₃ | 0,87 | | |
| Ataque HF/HNO ₃ 1 min | 0,24 | | |

Tabela 3 - Variação da rugosidade (Ra), torque para remover os implantes colocados em coelhos (N.cm) e percentuais da superfície recoberta com células.

2.7 PARÂMETRO PARA QUANTIFICAR A RUGOSIDADE

A medida da rugosidade é um método empregado para caracterizar a superfície dos materiais. A rugosidade superficial é quantificada por parâmetros medidos ao longo de uma linha hipotética. Estes parâmetros da rugosidade são usados para classificar as heterogeneidades superficiais como ondulações e variações em relação a um perfil.

Entre os diversos parâmetros usados para quantificar a rugosidade superficial destacam-se Ra; Rq; Rz; R3z; Ry e Rt.

A Rugosidade Média (Ra) quantifica a média aritmética dos valores absolutos das ordenadas de afastamento (y_i), dos pontos de perfil de rugosidade em relação à linha média, dentro do percurso de medição (l_m – n vezes o valor de “cut off” – NBR 6405).

Segundo Elias (2006), o parâmetro Ra pode ser usado quando for necessário o controle da rugosidade nas linhas de produção dos implantes, em superfícies em que o acabamento apresenta sulcos de usinagem bem orientados (torneamento e fresagem) e em superfícies de pouca responsabilidade, como no caso de acabamentos com fins apenas estéticos.

O parâmetro Ra mostrado em esboço na figura 3, é o mais utilizado para caracterizar a rugosidade dos materiais, é aplicável a maioria dos processos de fabricação. Todos os equipamentos de medida da rugosidade permitem a quantificação deste parâmetro. Como desvantagens do uso do valor de Ra para representar a rugosidade salientam-se o fato desse parâmetro indicar a média da rugosidade. A desvantagem é que este parâmetro não define a forma das irregularidades do perfil e não faz nenhuma distinção entre picos e vales.

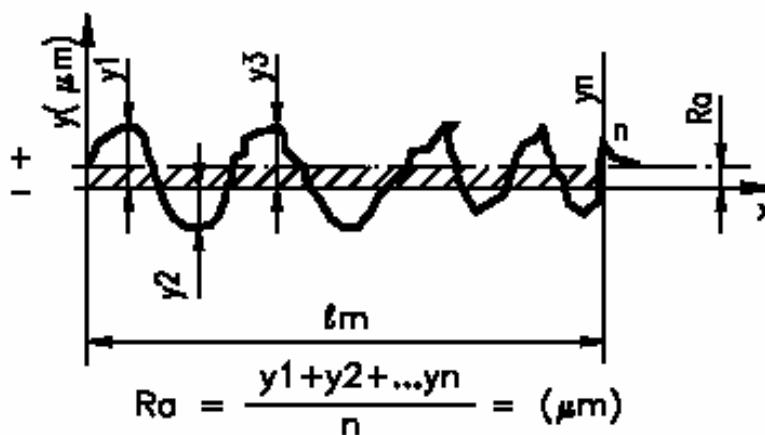


Figura 3 – Esboço representativo da Rugosidade Média (Ra)

O parâmetro Rz representa a média das distâncias verticais entre a maior protusão e a maior depressão em cada um dos cinco comprimentos da amostragem, figura 4. O parâmetro Rz corresponde à média das distâncias entre duas linhas que tangenciam a protusão (pico) mais pronunciada e a depressão (vale) mais profunda medida dentro de cada amostragem. Figura 4. Individualmente, este parâmetro não

caracteriza as propriedades funcionais de uma superfície quanto ao potencial de desgaste. Este parâmetro pode ser empregado como referência nos seguintes casos em que pontos isolados não influenciam na função da peça a ser controlada (exemplo: superfícies de apoio, de deslizamento e ajustes prensados) e em superfícies onde o perfil é periódico e conhecido. O uso do parâmetro Rz tem como vantagens o fato de informar a distribuição média da superfície vertical e é um parâmetro de fácil obtenção. As desvantagens estão relacionadas ao fato deste parâmetro não quantificar nenhuma informação sobre a forma do perfil, bem como da distância entre as ranhuras, além disto, são poucos os equipamentos que fornecem este parâmetro.

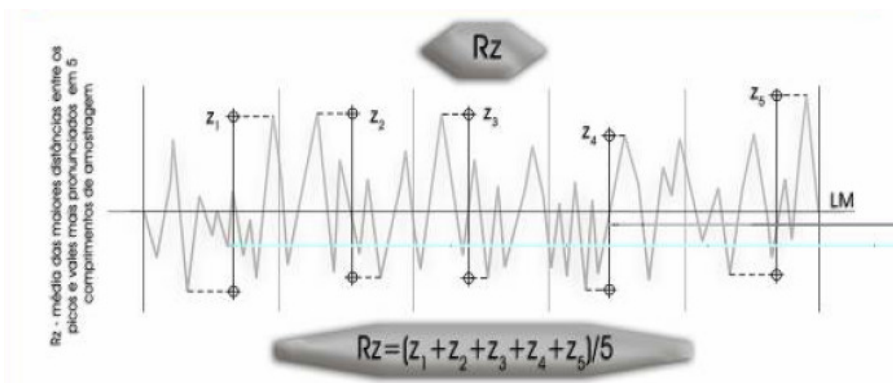
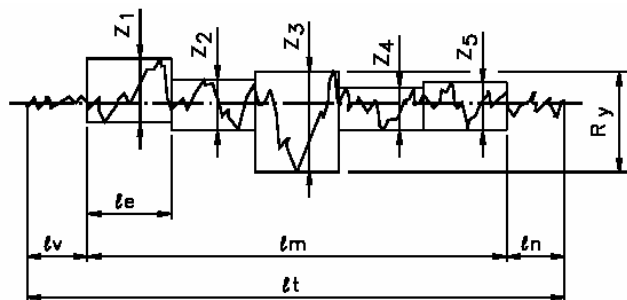


Figura 4 – Esboço representativo do parâmetro R3z

Figura 4. Em cada módulo são traçadas as distâncias entre o terceiro pico mais alto e o terceiro vale mais fundo, em sentido paralelo à linha média. O parâmetro R3z (Rugosidade Média do Terceiro Pico e Vale) consiste, na média aritmética dos valores de rugosidade parcial ($3Z_i$), correspondentes a cada um dos 5 módulos (cut off). O uso do parâmetro R3z para representar a rugosidade tem como vantagens o fato de desconsiderar picos e vales que não sejam representativos da superfície, além de ser de fácil obtenção. Já como desvantagens o R3z não possibilita informação sobre a forma do perfil nem sobre a distância entre ranhuras.

O parâmetro R_y (Rugosidade Máxima) representado na figura 5 é definido como o valor das rugosidades parciais (Z_i) que se apresentam no percurso de medição (l_m). Como vantagens do emprego do parâmetro R_y destacam-se o fato deste informar a máxima deterioração da superfície vertical da peça, ser de fácil obtenção, além de fornecer informações complementares

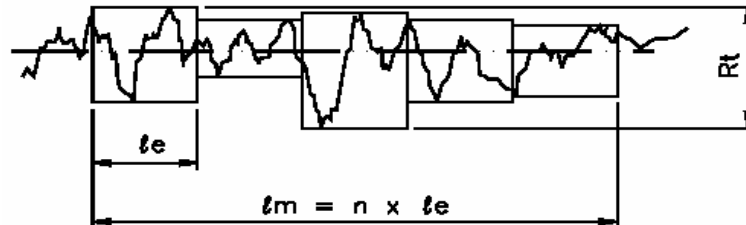
ao parâmetro R_a . Como desvantagens destacam-se o fato deste parâmetro não fornecer a forma da superfície.



Rugosidade R_y definida pela rugosidade parcial (neste caso Z_3)

Figura 5 – Representação do Parâmetro R_y

O parâmetro R_t (rugosidade total), corresponde à distância vertical entre o pico mais alto e o vale mais profundo no comprimento de avaliação (l_m), figura 6.



Rugosidade R_t . Distância entre pico mais alto e vale mais fundo.

Figura 6 – Representação do Parâmetro R_t

O parâmetro R_t é mais rígido na avaliação que o R_y , além de ter todas as vantagens indicadas para o R_y . Como desvantagem destaca a rigidez na avaliação, em alguns casos leva os resultados são enganosos.

2.8 TRATAMENTO DAS SUPERFÍCIES DOS IMPLANTES DENTÁRIOS

De acordo com Elias e Lima (2002), nos tratamentos de superfícies dos implantes leva-se em consideração tanto os princípios biológicos como os biomecânicos, pois estes determinam as reações dos tecidos. Segundo os autores, o implante recebe diferentes tratamentos ao longo de comprimento, visto que o efeito da morfologia da superfície na adesão das células varia como tipo de célula. Por exemplo, as células de fibroblastos gengivais aderem com maior facilidade nas superfícies eletropolidas do que em superfícies com rugosidades tratadas com ácido ou jateadas.

Elias et al (2002) realizaram um estudo de cultura de células de osteoblastos humanos com amostras de titânio grau 4 com a superfície tratada com ácido e jateadas. Verificaram que o comportamento celular na superfície dos implantes após o jateamento apresenta comportamento qualitativo melhor do que na superfície tratada com ácido. Os autores verificaram que os tratamentos induzem mudanças significativas na rugosidade dos implantes. Após o tratamento com ácido foi possível detectar pequenos sulcos formados pelas ferramentas de corte. Com o jateamento foram criadas inúmeras microcavidades homoganeamente distribuídas em toda a superfície. Consideram que a superfície após o jateamento possui parâmetros de rugosidade que induzem comportamento celular mais favorável em relação às amostras tratadas com ácidos.

Estudos realizados por Braber e cols (apud Elias, 2005) demonstraram que a geometria e orientação das rugosidades, também podem influenciar na adesão, morfologia, orientação, proliferação, diferenciação e produção de fatores locais. Diante disso, fica claro que a região dos implantes deve receber tratamentos diferentes.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

No presente trabalhos, foram empregados cilindros cortados de uma barra de Ti cp, grau 2, especificação ASMT F67-95 (American Society for Testing Materials). Os cilindros de Ti foram fornecidos pela empresa *Conexão Sistema e Prótese*, São Paulo.

Os cilindros foram submetidos a quatro tratamentos de superfícies. Cabe ressaltar que dois tratamentos são usados em implantes dentários osseointegráveis comercializados pela empresa *Conexão Sistema e Próteses*:

- a) Ataque com ácidos – semelhante à superfície dos implantes com designação comercial Master Porous[®]
- b) Anodização - semelhante à superfície dos implantes com designação comercial Master Vulcano Actives[®]
- c) Polimento mecânico – superfície não usada comercialmente
- d) Tratamento com solução contendo íon flúor (fluoreto de sódio) – superfície não comercial

Após os tratamentos, as amostras foram submetidas à esterilização com radiação de Co 25 kgy e caracterizadas quanto:

- a) molhabilidade,
- b) rugosidade e
- c) morfologia da superfície

3.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Os cilindros de Ti cp com 7,0 mm de diâmetro e altura de 12,0 mm foram cortados com torno mecânico utilizado na usinagem de implantes odontológicos. Os cilindros foram divididos em 4 grupos cada qual com 42 amostras. Os cilindros de 3 grupos foram submetidos ao tratamento da superfície e os cilindros de 1 grupo foram submetidos apenas ao polimento.

Inicialmente os cilindros foram embutidos em resina acrílica e submetidos ao lixamento mecânico até a lixa 1200. A seguir, fez-se o polimento com pasta de diamante de granulação 1 a 0,3 μm e finalmente, as amostras foram submetidas ao processo de limpeza durante 15 minutos em banho ultra-sônico com frequência de 25 kHz em acetona pura analítica (P.A.), lavadas em água destilada durante 15 minutos e imersas em etanol durante 15 minutos. Estes procedimentos permitiram homogeneizar as amostras e obter uma superfície plana e polida, adequada para os tratamentos da superfície. Após o lixamento e polimento as amostras foram divididas nos grupos descritos a seguir.



Figura 7 – Cilindros TiCp

GRUPO com superfície polida: 42 amostras lixadas, polidas e usadas como referência para análise e comparação dos resultados;

GRUPO com ataque ácido (Porous[®]): 42 amostras após o polimento foram submetidas ao tratamento superficial pela imersão em soluções ácidas (mistura de ácido nítrico e ácido sulfúrico). Este grupo representa os implantes com tratamentos por subtração, semelhante ao tratamento dos implantes comerciais Master Porous;

GRUPO submetido à anodização (Vulcano[®]): 42 amostras, após o polimento foram submetidas a tratamento superficial de anodização semelhante ao tratamento com designação comercial Master Vulcano Actives[®].

GRUPO Fluoreto (NaF): 42 amostras após o polimento e ataque ácido foram submetidas ao tratamento superficial com fluoreto de sódio (NaF). Este grupo representa os implantes não comerciais com tratamento de superfícies fluoretadas

3.2 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

A análise da superfície das amostras após os tratamentos de superfície foi feita com o microscópio eletrônico de varredura JEOL, modelo JSM T 5800 LV, acoplado com EDS Noram. (Figura 8)



Figura 8 - Microscópio eletrônico JEOL, modelo JSM T 330 A, acoplado com EDS , utilizado na caracterização da superfície.

As análises da rugosidade e área efetiva das amostras após os tratamentos de superfície foram efetuadas com o auxílio de rugosímetro a laser, modelo Makr-GmbH-Brauweg-38-Gottingen, pertencente à Universidade Federal Fluminense. (Figura 9). Este instrumento permite determinar a rugosidade, perfil e a topografia da superfície com resolução em escala micrométrica. Os estudos forneceram informações relevantes sobre as alterações na morfologia na área e na rugosidade da superfície. Nos ensaios mediu-se Ra, Rq, Rz, Ry e R3z.

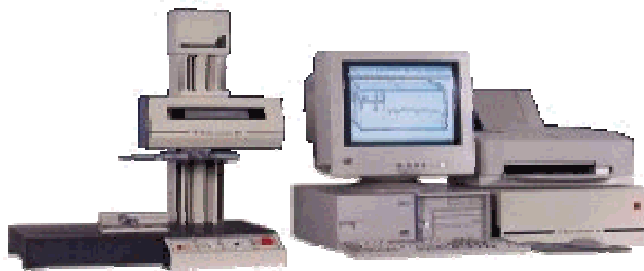


Figura 9 - Rugosímetro a laser, modelo Makr-GmbH-Brauweg-38-Gottingen

Com o emprego do goniômetro da Ramé-Hart, Inc. Modelo NRL A-100 pertencente à COPPE/UFRJ Figura 10. Foram feitas medições dos ângulos de contato, com solução de NaCl 5%, água destilada e sangue. Foi depositado 1ml de gota nas superfícies dos discos e logo em seguida mediu-se o ângulo de contato.

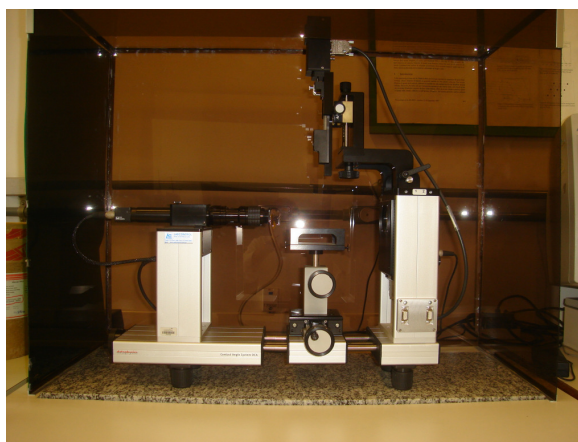


Figura 10 – Goniômetro usado para medida do ângulo de contato



Figura 11 – Substâncias utilizadas

4 RESULTADOS

4.1 MOLHABILIDADE DA SUPERFÍCIE

Mostra-se na tabela 4 a média e o desvio padrão do ângulo de contato dos diferentes líquidos com as amostras dos diferentes grupos analisados.

| | Água destilada | NaCl | Sangue |
|---------------------------|-----------------------|----------------|---------------|
| | GRAU | GRAU | GRAU |
| Polida | 94,70 ± 4,37 | 107,6 ± 7,92 | 83,38 ± 13,17 |
| At. ácido (Master Porous) | 96,20 ± 11,64 | 104,92 ± 12,57 | 89,00 ± 14,11 |
| Anodizada (vulcano) | 5,61 ± 1,84 | 15,59 ± 5,63 | 15,82 ± 3,22 |
| NaF | 24,97 ± 8,67 | 75,81 ± 21,65 | 52,81 ± 13,48 |

Tabela 4 - Valor médio e desvio padrão do ângulo de contato dos diferentes grupos

Conforme dados do anexo 1.1, o ângulo de contato das amostras polidas com água apresentou valor médio de 94,7° e as medidas variaram entre 87,0 e 101,9. Considerando o intervalo de confiança de 95%, 10 amostras (71%) estão estatisticamente no intervalo média ± desvio padrão (Max = 99,07 e Min = 90,33). Para as amostras polidas em contato com NaCl o valor médio do ângulo de contato foi igual a 107,6° e para o intervalo de confiança de 95% ,10 amostras apresentaram ângulo de contato entre o valor máximo de 112,19 e mínimo de 96,35°. As amostras polidas em contato com sangue apresentaram ângulo de contato médio de 83,88°, entre as 14 amostras analisadas, 9 (64%) estavam

estatisticamente no intervalo da média \pm desvio padrão (valor máximo = 96,55° e mínimo = 70,21°)

| | | Polido | | | Ataque ácido | | | Anodizada | | | NaF | | |
|-----------|--------|--------|------|--------|--------------|------|--------|-----------|------|--------|------|------|--------|
| | | Água | NaCl | Sangue | Água | NaCl | Sangue | Água | NaCl | Sangue | Água | NaCl | Sangue |
| Polido | Água | - | S | S | NS | NS | S | S | | | S | | |
| | NaCl | S | - | S | | NS | | | S | | | NS | |
| | Sangue | S | S | - | | | NS | | | S | | | S |
| At. ácido | Água | NS | | | - | NS | NS | | | | | | |
| | NaCl | | | | | - | S | | | | | | |
| | Sangue | | | | | | - | S | | | | | |
| anodizada | Água | | | | | | | - | S | S | | | |
| | NaCl | | | | | | | | - | NS | | | |
| | Sangue | | | | | | | | | - | | | |
| NaF | Água | | | | | | | | | | - | NS | S |
| | NaCl | | | | | | | | | | | - | NS |
| | Sangue | | | | | | | | | | | | - |

S = diferença estatística significativa NS = diferença estatística não significativa

Tabela 5 – Análise comparativa da molhabilidade das amostras dos diferentes grupos. Análise estatística com o teste t.

A análise estatística utilizando o teste t que apresenta confiabilidade de 95% mostrou que os valores médios dos ângulos de contato foram significativamente diferentes, quando se compara a molhabilidade das amostras polidas em contato com os diferentes líquidos analisados (água, NaCl e sangue).

Foi realizada também a análise estatística das amostras submetidas ao ataque ácido. Os valores dos ângulos de contato com água destilada, NaCl e sangue são mostrados no Anexo 1.4. Os resultados mostram que as amostras

tratadas com ácido em contato com água destilada apresentaram ângulo de contato Max= 107,84 e Min=84,56. Entre as amostras testadas, 10 (71%) apresentaram ângulo de contato no intervalo de confiança de 95%. O mesmo ocorreu com relação ao tratamento com ácido e NaCl (Max: 117,49; Min=92,35). Já com o ângulo de contato da amostra com ataque ácido com sangue o valor Max=103,11 e Min=74,89, indicam que entre as 14 amostras analisadas, 9 (64%) apresentaram intervalo de confiança de 95%.

A análise estatística do teste t mostrou que houve uma diferença significativa entre a média do ângulo de contato do grupo tratado com ataque ácido em contato com NaCl e sangue. No entanto, não houve diferença estatística significativa entre as médias para os grupos tratados com ataque ácido em contato com água vs ataque ácido com sangue e ataque ácido com água vs ataque ácido com NaCl.

Os valores das medidas do ângulo de contato das amostras com superfície Anodizadas com água destilada, NaCl e sangue são mostradas no anexo 1.2.

Após a análise estatística verificou-se que os resultados da combinação do tratamento de anodização com água destilada apresentaram para média \pm desvio padrão, os valores Max = 7,45 e Min = 3,77, mostrando que das 14 amostras analisadas, 10 (71%) estão estatisticamente dentro do intervalo de confiança de 95%. As amostras anodizadas em contato NaCl apresentou valores Max = 21,22 e Min = 9,96. Já com as amostras testadas com sangue (Max = 19,04 e Min = 12,6), das 14 amostras analisadas, 7 (50%) estavam no intervalo de confiança de 95%.

A análise estatística do teste t mostrou que houve diferença estatística significativa das médias dos ângulos de contato das amostras com superfície anodizadas em contato com água vs anodizada em contato com NaCl e anodizada em contato com sangue. No entanto, para o grupo anodizada em contato com NaCl

vs anodizada em contato com sangue, não houve diferença significativa entre as médias.

No anexo 1.3 são apresentados os valores do ângulo de contato das amostras submetidas ao ataque ácido e tratadas com NaF para os três líquidos analisados.

Os resultados de ângulo de contato da água destilada com as amostras tratadas com fluoreto alcançaram valor Max = 33,64 e Min = 16,3, o que demonstra que das 14 amostras analisadas 7 (50%) estão estatisticamente no intervalo de confiança de 95%. Já com relação às amostras tratadas com fluoreto em contato com NaCl verificou-se que o valor Max = 97,46 e Min= 54,16, tendo 11 amostras (78%) das 14 analisadas com valores no intervalo de confiança de 95%. O mesmo ocorreu com as amostras tratadas com fluoreto em contato com sangue (Max=66,29; Min= 39,33).

A análise estatística do teste t mostrou que houve diferença significativa entre as médias do ângulo de contato para o grupo fluoreto com água vs fluoreto em contato sangue. No entanto, para os grupos fluoreto em contato com água vs fluoreto em contato com NaCl e fluoreto em contato com NaCl vs fluoreto em contato com sangue não houve diferença significativa entre as médias.

O resumo da análise comparativa do ângulo de contato entre as amostras dos diferentes grupos em contato com água, NaCl e sangue é mostrada na Tabela 5.

Diante do exposto constatou-se que as amostras submetidas com anodização, tanto em contato com a água destilada, como com o NaCl e com o sangue foram o que apresentaram maior molhabilidade.

4.2 RUGOSIDADE

As amostras após o tratamento de anodização (Vulcano), ataque ácido (Porous), fluoretada e polida foram avaliadas para determinar os diferentes parâmetros da rugosidade. Os valores médios e o desvio padrão de Ra (rugosidade média), Ry (rugosidade máxima), Rt (Rugosidade total), Rz (rugosidade média), R3z (rugosidade média do terceiro pico e vale) e Rq são mostrados na Tabela 6.

A análise estatística dos valores da média Ra usando o teste t, mostrou que não houve diferença significativa entre as médias de Ra dos grupos anodizados, Ataque Ácido e Fluoreto. Entretanto, verificou-se diferença estatística entre os grupos citados e o grupo Polido. (tabela 6)

| | Ângulo de contato | | | | | | Rugosidade | | | | | | | | | | | |
|--------------|-------------------|-------|--------|-------|--------|------|------------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|
| | Água destilada | | Sangue | | NaCl | | Ra | | Rq | | Rz | | Ry | | Rt | | R3z | |
| | Média | DP | Média | DP | Média | DP | Média | DP | Média | DP | Média | DP | Média | DP | Média | DP | Média | DP |
| Polida | 94,7 | 4,33 | 83,38 | 13,17 | 107,6 | 7,92 | 0,22 | 0,06 | 0,30 | 0,08 | 0,22 | 0,29 | 2,27 | 0,42 | 2,40 | 0,45 | 0,90 | 0,20 |
| Ataque Ácido | 96,2 | 11,59 | 89 | 14,11 | 104,92 | 12,6 | 0,61 | 0,37 | 0,77 | 0,40 | 4,31 | 0,29 | 5,15 | 0,34 | 5,50 | 0,34 | 2,89 | 0,18 |
| Anodiz. NaF | 5,61 | 1,82 | 15,82 | 3,22 | 15,59 | 5,63 | 0,55 | 0,06 | 0,70 | 0,08 | 3,75 | 0,46 | 4,41 | 0,66 | 4,79 | 0,58 | 2,64 | 0,30 |
| | 24,97 | 8,63 | 52,81 | 13,48 | 75,81 | 21,7 | 0,57 | 0,04 | 0,74 | 0,05 | 3,99 | 0,30 | 4,77 | 0,31 | 5,15 | 0,38 | 2,69 | 0,17 |

Tabela 6 – Valores dos parâmetros de rugosidade dos diferentes grupos de amostras

Com relação aos valores médios de Rq mostrados na tabela 6, a análise estatística do teste t mostrou que não houve diferença estatística significativa em relação à média dos grupos Anodizado, Ataque Ácido e Fluoreto. Entretanto, verificou-se que existe diferença estatística significativa entre os grupos citados com o grupo Polido.

No que tange aos valores de Rz (Rugosidade Média dos cinco valores), a análise estatística do teste t mostrou que não houve diferença estatística significativa

da média dos grupos anodizado, Ataque Ácido e Fluoreto. Todavia, verificou-se que existe diferença significativa entre os grupos citados com o grupo Polida.

Com relação à R_y (Rugosidade Máxima), a análise estatística do teste t mostrou que não houve uma diferença estatística significativa da média dos grupos Anodizado, Ataque Ácido e Fluoreto. Entretanto, verificou-se que existe diferença significativa entre os grupos citados com o grupo Polida. (Tabela 6)

A análise comparativa dos valores de R_t (Rugosidade Total), usando a análise estatística do teste t mostrou que não houve diferença estatística significativa entre a média dos grupos Anodizado, Ataque Ácido e Fluoreto. Porém, verificou-se que existe diferença significativa entre os grupos citados e o grupo Polida. (Tabela 6)

Quanto à R_{3Z} (Rugosidade Média do Terceiro Pico e Vale), a análise estatística do teste t mostrou que não houve diferença significativa da média dos grupos Anodizado, Ataque Ácido e Fluoreto. No entanto, verificou-se que existe diferença significativa entre os grupos citados e o grupo Polida.

Diante do exposto constataram-se as análises dos parâmetros de rugosidade, indicaram que não existe diferença significativa da média entre os grupos Anodizado, Ataque Ácido e Fluoreto e que existe diferença estatística com as amostras do grupo Polida. Isso demonstra que devido a essa diferença no grupo Polida, a rugosidade está influenciando no ângulo de contato.

4.3 ANÁLISE DA MORFOLOGIA

Após as análises das morfologias superficiais das amostras com auxílio da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV), foi possível constatar que existem diferenças significativas na morfologia das amostras dos diferentes grupos.

Mostra-se na Figura 12 a superfície da amostra após lixamento e polimento. Pode-se observar que a superfície é heterogênea com a presença de ranhuras oriundas do lixamento e que não foram removidas com o polimento.

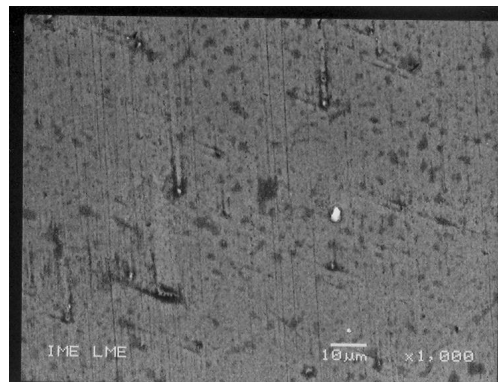


Figura 12 – Ti cp grau 2 com superfície polida

Mostra-se nas Figuras 13.1. e 13.2. a morfologia da superfície da amostra após ataque ácido. Pode-se observar que a solução química induz a formação de microcavidades homogeneamente distribuídas na superfície da amostra.

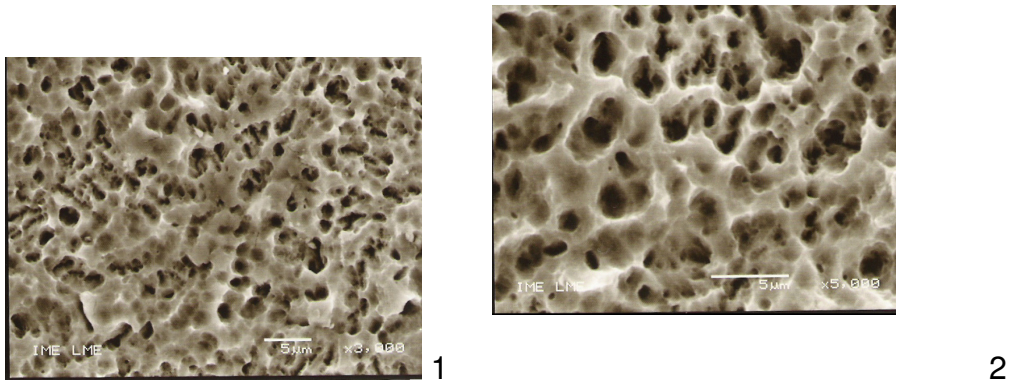


Figura 13: Amostra de Ti cp grau 2, superfície do cilindro submetido ao ataque ácido semelhante ao implante comercial Master Porous. (1) Aumento 3.000 X. (2) Aumento 5.000 X.

Mostra-se na Figuras 14 (1), (2), (3) a superfície da amostra submetida ao ataque ácido seguido pela imersão na solução de fluoretos. Pode-se observar que há semelhança com os grupos submetido ao ataque ácido.

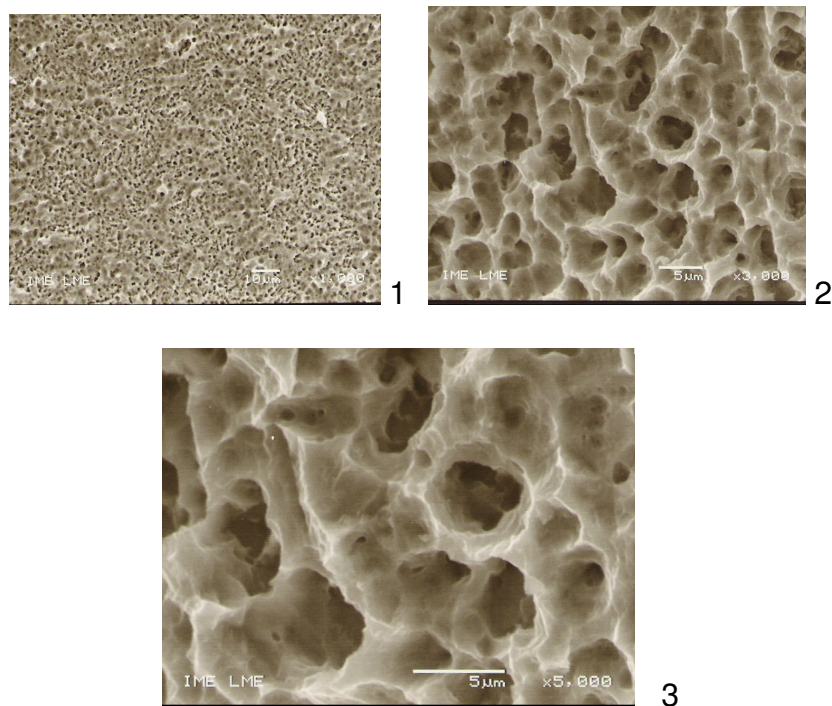


Figura 14: Amostra de Ti cp grau 2, superfície do cilindro submetido ao tratamento com ácido e imersão contendo fluoreto. (1) Aumento 1.000 X. (2) Aumento 3.000 X. (3) Aumento 5.000x Pode observar microcavidades devidos ao ataque ácido

Mostra-se nas Figuras 15 (1) e (2) a superfície da amostra do Grupo anodizado. Os poros são geometricamente distriuidos. Pode-se observar que o tratamento de anodização induz a formação de saliência na forma de pequenos vulcões.

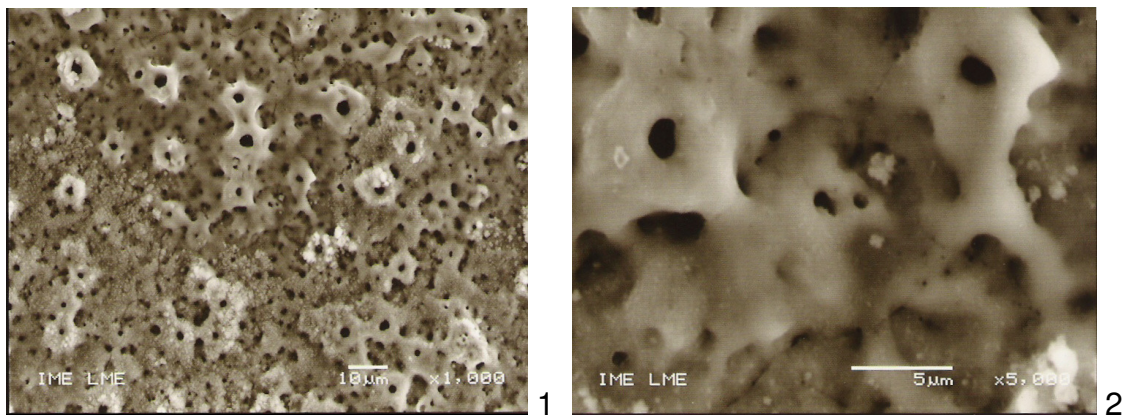


Figura 15: Amostra de Ti cp grau 2, superfície do cilindro submetido ao tratamento de anodização semelhante ao implante comercial Vulcano Active[®]. (1) Aumento 1.000 X. (2) Aumento 5.000 X.

5. DISCUSSÃO

Preliminarmente cabe salientar que não se encontra disponível na literatura as descrições dos métodos utilizados para tratar as superfícies dos implantes comerciais. A falta de detalhes deve-se ao fato que os fabricantes para manterem o segredo tecnológico do processo não divulgam os protocolos de tratamento.

Segundo Wennerberg et al (1998) mesmo quando utilizados os mesmos valores de rugosidade Ra do implante, pode-se obter resultados de osseointegração que não necessariamente são iguais. Diante disso, fica clara a necessidade da avaliação em separado dos vários parâmetros da rugosidade após o tratamento da superfície. Este procedimento, adotado no presente trabalho, permite a identificação das características da rugosidade e da topografia da superfície que alteram a interação das células com os biomateriais, independentemente dos métodos de tratamento de superfície.

Para quantificar e qualificar a morfologia da superfície e determinar os parâmetros da rugosidade das amostras, optou-se pelo uso do rugosímetro a laser, classificado como um método quantitativo de não contato e a microscopia eletrônica de varredura (MEV), classificada como um método qualitativo. Embora o rugosímetro permita avaliar uma pequena porção do material, ainda assim é considerado um instrumento conveniente para avaliar a rugosidade da superfície.

Através de análises das superfícies no MEV, constatou-se que os tratamentos realizados modificaram a morfologia do Ti cp, mas os valores dos parâmetros de rugosidade não apresentaram diferença estatística significativa.

Com o rugosímetro foi possível quantificar os diferentes parâmetros de rugosidade. O parâmetro Ra é o mais empregado nos trabalhos científicos odontológicos que buscam caracterizar a superfície dos materiais.

Apesar da rugosidade média (Ra) ser o parâmetro empregado pela grande maioria dos autores que estuda a rugosidade superficial dos materiais dentários, no presente trabalho, considerando apenas os valores de Ra não foi possível identificar a existência de diferença estatística significativa na rugosidade entre os grupos analisados. Em consequência, levando-se em considerações as observações de Leitão & Hegdahl (1981), os quais enfatizam que o rugosímetro determina apenas o perfil da superfície, expressando de forma numérica a rugosidade em função das irregularidades presentes no material, fez-se a quantificação de outros parâmetros da rugosidade para identificar as possíveis diferenças entre os grupos analisados.

Os parâmetros utilizados para medir a rugosidade de uma superfície podem ser divididos em parâmetros que descrevem a profundidade das rugosidades (Ra, Rz e Rp) parâmetros que descrevem medidas horizontais (Pc) e parâmetros que se baseiam em medidas proporcionais (Rp/Rz), por esse motivo fez-se a análise da rugosidade, considerando parâmetros que descrevem as três características superficiais (profundidade, medidas horizontais e proporcionais.)

No presente trabalho, verificou-se que a rugosidade das amostras anodizada, ataque ácido e fluoreto não apresentaram diferença estatística significativa. Já o grupo polida mostrou uma grande diferença.

Verificou-se no presente trabalho que os valores médios de Ra assim como dos outros parâmetros da rugosidade, não apresentaram diferença estatística entre os grupos, exceto entre o grupo polida com as demais condições de superfície. Diante disso, comparando-se a análise estatisticamente de Ra e o ângulo de contato, conclui-se que os resultados do ângulo de contato não foram influenciados pela rugosidade Ra nos grupos de amostras com superfície anodizadas, ataque

ácido e fluoreto, mas pode existir influência de outros fatores tais como irregularidades da topografia de superfície ou possíveis alterações na energia de superfície do metal pelos tratamentos realizados concordando com as observações feitas por Baier et al., 1984; Boyan et al., 1996; Lampin et al., 1997, os quais salientam que a energia de superfície altera os mecanismos de interação entre as células e o implante. Diante disso conclui-se que para um melhor entendimento das propriedades funcionais de uma superfície é necessário avaliar além de Ra, outros parâmetros.

A avaliação dos diferentes parâmetros de rugosidade (Ra, Rq, Rt, Ry, R3z) possibilitou a observação de certa disparidade entre os valores de Ra em relação aos demais parâmetros.

Mesmo considerando todos os parâmetros de rugosidade mostrados na tabela 6 não foi possível justificar a diferença na osseointegração observada na clínica quando se empregam implantes com tratamento ácido e anodizado. Na clínica, os implantes anodizados apresentam melhor osseointegração e permitem carregamento precoce e carga imediata.

Um importante estudo sobre rugosidade foi elaborado por Leitão & Hegdahl em 1981, segundo os quais, a rugosidade é uma propriedade importante no que diz respeito aos fenômenos que dependem das propriedades da superfície. Segundo os autores, uma superfície é considerada rugosa quando é caracterizada pela presença de picos e vales de alta amplitude e pequenos comprimentos de ondas. Além disso os resultados obtidos nas leituras de rugosidade são influenciados pelas características do material estudado, tais como dureza e presença de microcavidades e também pelas características do equipamento utilizado. Diante disso é de suma importância que em estudos de rugosidade de superfície, sejam

adotados adequados critérios de análise do material e emprego de aparelho que forneça valores confiáveis. Os parâmetros de rugosidade selecionados para análise devem descrever as propriedades que influenciam na interação da células com a superfície e o equipamento deve apresentar confiabilidade.

Valores da rugosidade Ra maiores que 10 μm influenciam nas propriedades mecânicas da interface osso-implante induzindo o “embricamento mecânico” do implante . A macrorugosidade não foi analisada no presente trabalho, uma vez que esta é importante para implantes no estado como usinado ou com deposição de oxido de titânio por “plasma spray”. Quanto à microrugosidade e macrorugosidade, valores de rugosidade da superfície entre 10nm e 10 μm influenciam na interface fisiológica, uma vez que estes valores são da mesma ordem de grandeza do tamanho das células e das biomoléculas (Oshida 2001). No presente trabalho os valores da rugosidade (Ra) variaram entre 0,22 μm (amostra polida) e 0,61 μm (amostra com ataque ácido) indicando que tratamentos usados para modificar a morfologia da superfície são adequados e ideais para induzirem a interação com células com o objetivo de alcançar a osseointegração.

Verificou-se que a rugosidade das amostras anodizada, ataque ácido e fluoreto não apresentaram diferença estatística significativa. Santiago et al (2005) mostrou que diferentes tratamentos químicos podem produzir topografias similares da superfície de titânio.

De acordo com Lim & Oshida (2001), para avaliar o ângulo de contato é preciso considerar que o mesmo está relacionado com a superfície química e a geometria, ou seja, é importante considerar as propriedades físico-química da superfície para fazer-se a análise da molhabilidade.

A termodinâmica de superfícies considera que a minimização da energia livre do sistema impõe um único valor para o ângulo de contato. No entanto, durante o ensaio de molhabilidade realizado observou-se que uma gota de líquido na superfície sólida pode apresentar vários ângulos estáveis, ou seja, há variação no ângulo de contato entre as amostras do mesmo grupo. Esta variação pode ser constatada pelos valores do desvio padrão mostrado na tabela 4.

Verificou-se no presente trabalho que a medida e a interpretação dos ângulos de contato apresentam extrema complexidade. Durante um bom tempo, o verdadeiro significado dos ângulos de contato era incerto, não era perfeitamente conhecido e havia dúvida quanto ao fato de atribuir-lhes características e propriedade termodinâmica.

Nos ensaios com algumas amostras verificou-se a ocorrência de histerese, exceto para amostras anodizadas. De acordo com Morra et al (1990), a histerese do ângulo de contato é uma ferramenta analítica de extremo valor, pois fornece informações que permite correlacionar a molhabilidade à energia, rugosidade e heterogeneidade de superfícies. Esta correlação não foi determinada no presente trabalho.

Mister se faz salientar que além da rugosidade do material, existem outros fatores que podem causar histerese nas medidas de ângulo de contato, tais como a penetração do líquido no sólido, especialmente se este for muito poroso, como os materiais cerâmicos usados em enxertos ósseos, o embebimento do sólido pelo líquido e a presença de impurezas. No presente trabalho houve absorção do líquido pelas amostras com a superfície anodizada.

Segundo Carey (1992) a histerese do ângulo de contato nada mais é do que uma consequência da não-homogeneidade ou aspereza da superfície ou ainda

devido à presença de impurezas. Isso ocorre devido ao fato de que metais, com suas superfícies altamente energéticas, podem adsorver finos filmes de muitas substâncias, causando histerese. No presente trabalho esta histerese pode esta associada à absorção do líquido.

A molhabilidade determinada no presente trabalho indicou que as amostras tratadas exibiram diferença estatística significativa dos ângulos de contato, exceto os grupos de Anodizado NaCl vs Anodizado sangue; Fluoreto água vs Fluoreto NaCl; Fluoreto NaCl vs Fluoreto sangue; At. Ácido água vs At. Ácido sangue; Polida NaCl vs Fluoreto NaCl; Polida NaCl vs At. Ácido NaCl; Polida sangue vs At. Ácido sangue.

Analisando-se as médias dos valores do ângulo de contato mostrado na tabela 4 pode-se observar que as amostras com a superfície anodizadas apresentaram maior molhabilidade. As amostras polidas apresentaram a superfície mais hidrofóbica, não havendo diferença estatisticamente em relação às amostras com a superfície Master Porous (tratada com ácido).

Comparando-se as médias da molhabilidade das amostras com superfície submetida ao ataque ácido com superfície NaF, houve aumento da molhabilidade com o tratamento da superfície com NaF. Esta diferença requer análise futura uma vez que nos dois grupos foi feito o tratamento com iguais soluções ácidas, tempo e temperatura.

A determinação experimental do ângulo de contato requer cuidados especiais em relação ao manuseio das superfícies sólidas, particularmente para os de alta energia superficial, como os metais. Existe uma tendência em supor que o ângulo de contato diminui à medida que decresce a tensão superficial do líquido. Nicolaiewsky e Fair (1999) constataram que quanto mais ativa a superfície, melhor a sua molhabilidade em relação a todos os líquidos testados. Esta observação indica que a

superfície anodizada é mais ativa , justificando assim o comportamento in vivo , já que a osseointegração dos implantes com este tratamento apresentam melhor osseointegração

Considerando a equação proposta Young, medindo-se apenas o ângulo de contato não foi possível determinar a energia superficial das amostras após os diferentes tratamentos superficiais.

Krell (1967) propôs uma relação empírica entre o ângulo de contato e a profundidade média da rugosidade do sólido. O seu maior objetivo era o de encontrar um tratamento de superfície que produzisse total molhabilidade e que também reduzisse os efeitos de quebra de filme líquido, devido aos gradientes de tensão superficial, em colunas de destilação. Baseado nos resultados da literatura procurou-se correlacionar a molhabilidade com a rugosidade.

Lim e Oshida (2001) observaram que existe relação entre a molhabilidade e o parâmetro de rugosidade Ra. Existindo uma relação positiva (a molhabilidade aumenta com Ra) ou negativa. Com bases nas observações de Lim e Oshida, procurou-se identificar a existência de correlação entre a molhabilidade e Ra. Na figura 16 mostra-se a variação do ângulo de contato com a rugosidade Ra. Pode-se observar que a média do ângulo de contato das amostras polidas é superior às amostras anodizadas.

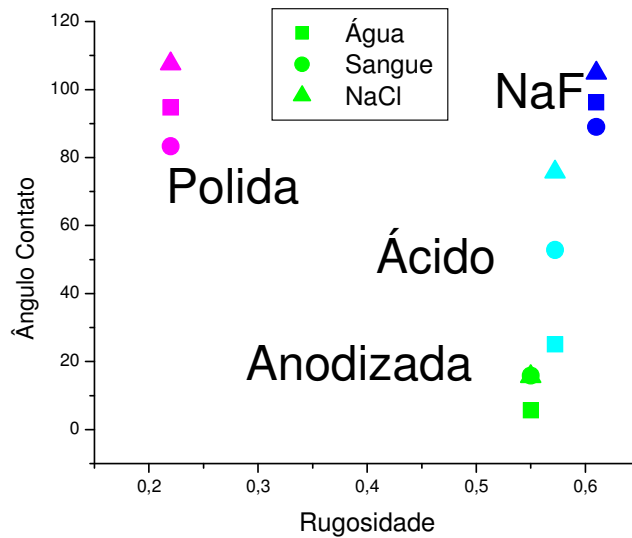


Figura 16 – Variação do ângulo de contato com Ra

Comparando-se as amostras dos grupos tratadas com ácido com as amostras do demais grupo (NaF e anodizada) é possível observar que apesar de não haver variação significativa na rugosidade, o ângulo de contato diminui quando a amostra é imersa em NaF ou após anodização. (figura 16). Este resultado mostra que apesar de não ter sido identificada diferença estatística significativa da rugosidade após o tratamento de superfície as propriedades físicas, foram afetadas. Este resultado corrobora as observações clínicas em que as resposta biológica da superfície anodizada é mais rápida. Do ponto de vista “in vitro”, as repostas das células e dos tecidos são afetadas pela topografia, geometria macroscópica e características microscópicas (Lim e Oshida 2001). No presente observou-se que quando a diferença de rugosidade entre as superfícies é desprezível, predomina a influencia das propriedades físicas (molhabilidade). Havendo redução do ângulo de contato (anodizado) a interação das células com a superfície é maior (osseointegração mais rápida).

Com os resultados obtidos no presente trabalho é possível atribuir à molhabilidade do biomaterial a maior influência nos efeitos biológicos e na interação das células do que à rugosidade.

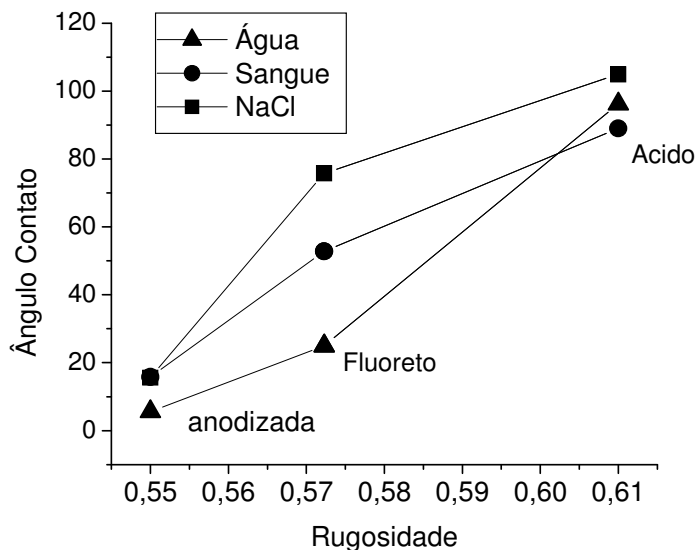


Figura 17 – Variação do ângulo de contato com Ra

Observa-se na figura 17 que as rugosidades das superfícies das amostras tratadas apresentaram pequena diferença. No entanto, existe diferença significativa em relação ao ângulo de contato da amostra anodizada em comparação com as amostras tratadas com ácido. Possivelmente, a alta energia e a morfologia da superfície da amostra anodizada faz com que ela tenha uma maior molhabilidade em comparação às demais amostras tratadas.

De acordo com Xavier (2003) a avaliação isolada da rugosidade de um implante não é o parâmetro ideal para sua caracterização, pois superfícies com os mesmos valores de Ra podem apresentar morfologias diferenciadas. Portanto, além da rugosidade Ra devem-se considerar outras características morfológicas da

superfície do biomaterial. Levando em consideração esta citação na análise da morfologia da superfície das amostras, observou-se que além da rugosidade, existem diferenças significativas entre as superfícies das amostras dos diferentes grupos. As amostras tratadas com ácido e as amostras NaF, apresentaram pequenos poros na superfície devido ao ataque da solução química (figura 14). As amostras anodizadas apresentaram saliências na forma de vulcões (figura 15). Esta diferença na morfologia influenciou na molhabilidade.

Cabe enfatizar que, segundo Kilpadi et al (1998), os tratamentos ácidos minimizam a corrosão do Ti. Além disso, removem defeitos oriundos da usinagem (Forrest, 1981), aumentam a energia de superfície (Kilpadi & Lemons, 1994; Kilpadi et al., 1998), e criam rugosidade na superfície (Lazzara & Davies, 2001). Comparando-se os resultados de molhabilidade da amostra lisa e ataque ácido, mostrado na tabela 4, a lisa é mais hidrofóbica e portanto deve apresentar processo mais lento de osseointegração dos implantes ósseos. Os resultados da literatura mostram que o tempo para ocorrer a osseointegração dos implantes sem tratamento da superfície é maior.

A literatura indica que há necessidade de se empregar diferentes protocolos para os implantes com ataque ácido (Callen et al., 1995; Kieswetter et al., 1996; Klokkevold et al., 1997, Kilpadi et al., 1998; Klokkevold et al., 2001; Li et al., 1976), em relação ao usinado. Possivelmente, devido à variação de rugosidade identificada no presente trabalho há variação no coeficiente de atrito do implante e há necessidade de empregar-se protocolo diferente de inserção de implante.

Trabalhos anteriores têm dado grande ênfase nas propriedades superficiais dos implantes osseointegráveis. Estes trabalhos consideram que os parâmetros da rugosidade exercem maior influência na osseointegração. No entanto quando não

existe diferença significativa na rugosidade, deve-se considerar outra propriedade superficial que justifique o melhor resultado clínico de um determinado tratamento superficial. Com base nos valores da rugosidade determinados e nos resultados clínicos comparativos entre os implantes tratados com ácidos e anodização, pode-se concluir que a diferença entre os ângulos de contato é o parâmetro determinante da osseointegração.

Normalmente, acredita-se que o aumento da rugosidade de uma superfície resulta em aumento no ângulo de contato. Neste trabalho verificou-se que isso se aplica somente para as amostras tratadas, em relação às amostras polidas. As amostras tratadas exibiram diferença estatística significativa dos ângulos de contatos em relação às amostras polidas mas , não houve diferença estatística significativa entre as rugosidades.

A análise dos resultados do ângulo de contato e da rugosidade indicou que a rugosidade influencia na molhabilidade somente das amostras submetidas ao tratamento da superfície. Verificou-se também que a rugosidade não influenciou no ângulo de contato da amostra polida. Isso denota claramente que quanto maior a rugosidade, maior o ângulo de contato nas amostras tratadas.

Diferentes métodos de tratamentos de superfície (ataque ácido, imersão em solução contendo fluoreto, anodização) foram selecionados neste trabalho para induzir alterações da rugosidade e do ângulo de contato, não se deve ignorar que os tratamentos de superfícies empregados induzem a formação de diferentes óxidos de titânio. Esta modificação não foi analisada no presente trabalho e necessita ser considerada no futuro.

6. CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos é possível concluir:

- a) Quanto à morfologia da superfície os grupos apresentaram diferenças na morfologia superficial.
- b) Quanto à rugosidade, as amostras que apresentaram mesma rugosidade, mais oriundas de ataques diferentes apresentaram ângulos de contato diferentes, provavelmente devido aos tipos de óxidos presentes.
- c) Quanto à molhabilidade, comparando-se as amostras entre os grupos observou-se que somente o grupo polida apresentou diferença estatisticamente diferente no ângulo de contato em relação aos grupos ataque ácido, anodizada e tratada com fluoretos.
- d) As amostras submetidas à anodização, tanto em contato com a água destilada, como com o NaCl e com o sangue foram as que apresentaram maior molhabilidade.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALBREKTSSON. T.; WENNERBERG, A. **Oral implant surfaces: Pat 1 - review focusing on topographic and chemical properties of different surfaces and in vivo responses to them.** Int. J. Prosthodont... n. 17, p, 536-543. 2004.

ALBREKTSSON. T.; WENNERBERG, A. **Oral implant surfaces: Pan 2 - review focusing on clinical knowledge of different surface.** Int. J. Prosthodont., n. 17. p. 544-564. 2004.

ALBREKTSSON, “**The response of bone to titanium Implants**”, Crit. Rev. Biocompatibility, 8, 53-84, 1997.

ALBREKTSSON and J. Lausmaa. J. **Biomed. Mater. Res.** 30 (2) 1997, 442-447

AURENTY,V.Lanet,A.Tessadro,andA.Gandini,**Rev.Sci.Instrum.** 68, 1997.

BAIER R.E.; MEYER, A.E.; **Implant surface preparation.** Int. J. Maxillofac. Impl., .3, n.1, p.9-20, 1988.

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.

BOWERS, K.T et al “**Optimization of surface micromorphology for enhanced osteoblast response**”. Int J Oral Maxillofac Implants, 7 (1992), 302-310.

BRANEMARK, P.I. **An introduction to osseointegration.** In: BRANEMARK, P.I.; ZARB, G.; ALBREKTSSON, T. **Osseointegration in clinical dentistry.** Chicago: Quintessence, 1985, p.11-53.

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, 1991.

CALLEN, B.W.; LOWENBERG, B.F.; LUGOWSKI, S.; SODHI, R.N.; DAVIES, J.E. **Nitric acid passivation of Ti6Al4V reduces thickness of surface oxide layer and increases trace element release.** J. Biomed. Mater. Res., v.29, n.3, p. 279-90, 1995.

CAMPELO, L. D., CÂMARA, J. D. **Flapless implant surgery: a 10 year clinical retrospective analysis.** Int. J. Oral Maxillofac. Implants. n. 17. p. 271-276. 2002.

CAREY, V.P. **Liquid-Vapor Phase-Change Phenomena Series in Chemical and Mechanical Engineering.** Chapters I, II and III, Hemisphere Publishing Corp, 1992.

CARVALHO, P.S.P.; PALECKIS, L.G.P.; MENDES, V.C.; BASSI, A.P.F. **Fundamentos da implantodontia – Basis of implantology.** 3i Innovations Journal, v.5, n.2, p.06-13, 2001.

CASTELLANI, R.; de RUIJTER, J.E.; RENGGLI, H.; JANSEN, J.A. **Response of rat bone marrow cells to differently roughened titanium discs.** Clin. Oral Impl. Res., v.10, n.5, p.369-378, 1999.

CHEN, G., WEN, X., ZHANG, N. **Corrosion resistance and ion dissolution of titanium with different surface microroughness.** Biomed Mater Eng. v.8, p.61-69, 1998.

CHEROLD, GOULD, T.R.L.; BRUNETTE, D.M. **Titanium-coated micromachined grooves of different dimensions affect epithelial and connective tissue cells differently in vivo.** J. Biomed. Mater. Res., v.24, n.9, p.1203-1219, 1988.

COCHRAN, D. L.. MORTON, D. **Consensus statements and recommended clinical procedures regarding loading protocols for endosseous dental implants.** Int. J. Oral Maxillofac. Implants.19 (Suppl.). p. 109-113. 2004.

DAVIES, J.E. **In vitro modeling of the bone/implant interface.** Anat. Rec., v.245, n.2, p.426-445, 1996.

DAVIES, J.E. **Mechanisms of endosseous integration.** Int. J. Prosthodont., v.11, n.5, 1998.

DELIGIANNI, D.D.; KATSALA, N.; LADAS, S.; SOTIROPOULOU, D.; AMEDEE, J.; MISSIRLIS, Y.F. **Effect of surface roughness of the titanium alloy Ti-6Al-4V on human bone marrow cell response and protein adsorption.** Biomaterials, v.22, n.11, p.1241-1251, 2001.

DEN BRABER, E.T.; DE RUIJTER, J.E.; SMITS, H.T.J., GINSEL, L.A.; VON RECUM, A.F.; JANSEN, J.A. **Effect of parallel surface microgrooves and surface energy on cell growth.** J. Biomed. Mater. Res., v.29, n.4, p.511-518, 1995.

DOUNDOULAKIS, J.H. **Surface analysis of titanium after sterilization: Role of implant-tissue interface and bioadhesion.** J. Prosth. Dent., v.58, n.4, p.471, 1987.

EISENBARTH, E.; MEYLE, J.; NACHTIGALL, W.; BREME, J. **Influence of the surface structure of titanium materials on the adhesion of fibroblasts.** Biomaterials, v.17, n.14, p.1399-1403, 1996.

ELIAS, C.N.; LIMA, J.H.C. **Importância da qualidade da superfície dos implantes osseointegráveis na biofixação.** Revista Brasileira de Implantodontia, Vol 7; 21-25:2001

EWNGSEN et al. **Improved retention and bone implant contact with fluoride modified titanium implant.** Int. /. Oral Maxillofac. Implants, n. 19. p. 659-666, 2004.

FORREST, A.L. In: KLEEFISCH, E.W. (Ed.) **Industrial Applications of Titanium and Zirconium, ASTM,** New Orleans, 1981, p.109.

GRISTINA, A.G. **Biomaterial-centered infection: microbial adhesion versus tissue integration.** Science, v.237, p.1588-1595, 1987.

HALLAB, A.P.; SHORT, R.D.; JOHNS, R.; SCHWACH, G. The surface analysis of implant materials. 1.The surface composition of a titanium dental implant material. Clin. Oral Implants Res., v.4, n.3, p.144-150, 2001.

HARTMAN, L.C. **Effects of pretreatment sterilization and cleaning methods on materials properties and osseointegration of a threaded implant.** Int. J. Oral Maxillofac. Implants, v.4, n.1, p.11-18, 1989.

J.M. Schakenraad, H.J. Busscher, C.R. Wildevuur, J. **Biomed. Mater. Res.** 20 (6) (1988) 773-784

KELLER, J.C.; DRAUGHN, R.A.; WIGHTMAN, J.P.; DOUGHERTY, W.J.; MELETIOU, S.D.**Characterization of sterilized CP titanium implant surfaces.** Int. J. Oral Maxillofac. Implants, v.5, n.4, p.360-367, 1990.

KELLER, J.C.; STANFORD, C.M.; WIGHTMAN, J.P.; DRAUGHN, R.A.; ZAHARIAS, R. **Characterization of titanium implant surfaces.** III. J. Biomed. Mater. Res., v.28, n.8, p.939-946, 1994.

KILPADI, D.V.; LEMONS, J.E. **Surface energy characterization of unalloyed titanium implants.** J. Biomed. Mater. Res. , v.28, n.12, p.1419-1425, 1994.

KILPADI, D.V.; WEIMER, J.J.; LEMONS, J.E. **Effect of passivation and dry heatsterilization on surface energy and topography of unalloyed titanium implants.**Colloids and Surfaces. A: Physicochemical and Engineering Aspects., v.135, p.89-101, 1998.

KLOKKEVOLD, P.R.; NISHIMURA, R.D.; ADACHI, M.; CAPUTO, A. **Osseointegration enhanced by chemical etching of the titanium surface: A torque removal study in the rabbit.** Clin. Oral Implants Res., v.8, n.6, p.442-447, 1997.

KLOKKEVOLD, P.R.; JOHNSON, P.; DADGOSTARI, S.; CAPUTO, A.; DAVIES, J.E.; NISHIMURA, R.D. **Early endosseous integration enhanced by dual acid etching of titanium: a torque removal study in the rabbit.** Clin. Oral Implants Res., v.12, n.4, p.350-357, 2001.

KRELL, G. **The Solid-Liquid Boundary in Chemical Engineering,** Brit. Chem. Eng., 12 (4), 1967.

LALOR, P.A.; REVELL, P.A. **T-lymphocytes and titanium aluminium vanadium (TiAlV) alloy: evidence for immunological events associated with debris deposition.** Clin. Mater., v.7, p.555-572, 1993.

LAMPIN, M.; WAROCQUIER-CLEROUT, R.; LEGRIS, C.; DEGRANGE, M.; SIGOT-LUIZARD, M.F. **Correlation between substratum roughness and wettability, cell adhesion and cell migration.** J. Biomed. Mater. Res., v.36, n.1, p.99-108, 1997.

LAZZARA, R.J.; DAVIES, J.E. **Resposta óssea a superfícies de implantes de titânio com ataque ácido duplo e usinadas.** 3i Innovations Journal, v.5, n.2, p.16-24, 2001.

LEITÃO, J.; HEGDAHL, T. **On the measuring of roughness.** Acta. Odont Scand, Oslo, 39 (6): 379-384, 1980

Li, D.; Neumann, A .W. Thermodynamic Status of Contact Angles. IN: A . W. Neumann, J. K. Spelt (Eds.) **Applied Surface Thermodynamics**, Marcel Dekker, NY, p.109-168, 1996.

LIM, Y.J. & OSHIDA, Y., **Initial contact angle measurements on variously treated dental/medical titanium materials,** Bio-medical materials and engineering, 00: 1-17, 2001

McDONALD, D.E.; MARKOVIC, B.; ALLEN, M.; SOMASUNDARAN, P.; BOSKEY, A.L. **Surface analysis of human plasma fibronectin adsorbed to commercially pure titanium materials.** J. Biomed. Mat. Res., v.41, n.1, p.120-130, 1998

MORRA, M., Occhiello, E.; Garbassi, F., **Knowledge about Polymer Surfaces from Contact Angle Measurements.** Advances in Colloid and Interface Science , 32, 1990.

MORRA, M., Occhiello, E. and Garbassi, F. (1990), **Knowledge about Polymer Surfaces from Contact AngleMeasurements, Advances in Colloid and Interface Science** , 32, p.79.

MURRAY, A. **Atlas colorido de ataque ácido.** Manole, 1989.

NEUMANN, A. W. and Good, R. J. (1972), **Thermodynamics of contact angles,** I. Heterogeneous solid surface,Journal of Colloid Interface Science, 38, p. 341.

NICOLAIEWSKY, E.M.A. **Escoamento de Líquido e Geração de Área Superficial em Recheios Estruturados**, Tese de Doutorado-Escola de Química/UFRJ, 1999.

ONG, JL; PUNCE, CV; RAIKAN, GN; LUCAS, LC. **Effect of surface topography of titanium on surface chemistry and cellular response**. *Implant Dent*, v.5, n.2, p.83-88, 1996

PONTER, A. B., Davies, G.A., Beaton, W. & Ross, T.K. **The Measurement of Contact Angles under Equilibrium and Mass Transfer Conditions**, *International Journal Heat Mass Transfer*, 10, 1967.

RAVNHOLT G. **Corrosion current and pH rise around titanium coupled to dental alloys**. *Scand. J. Dent. Res.*, v.96, n.5, p.466-472, 1988.

ROSENBERG. E. S. et al. **A comparison of characteristics of implant failure and survival in periodontally compromised and periodontally healthy patients**. *Int. J. Oral Maxillofac. Implants*, n. 19. p 873-879. 2004.

SAHAY, V., HAHN, H., **Physical and mechanical characterization of porous coatings for medical and dental devices. thermal spray research and applications. Proceedings**, , USA : Long Beach, 20 - 25 May 1990.

SCHWARTZ, Z. & BOYAN, B.D. **Underlying mechanisms at the bone-biomaterial interface**. *J. Cell Biochem.*, v.56, n.3, p.340-347, 1994.

SERRO, A.P.; FERNANDES, A.C.; SARAMAGO, B.; LIMA, J.; BARBOSA, M.A. **Apatite deposition on titanium surfaces- the role of albumin adsorption**. *Biomaterials*, v.18, n.14, p.963-968, 1997.

SILVA, M. H. P., LIMA, J. H. C., ELIAS, C. N. et al. **Recobrimento de Ti com hidroxiapatita: desenvolvimento do processo de deposição eletrolítica e caracterização biológica in vitro.** Rio de Janeiro, RJ – Brasil, 1999. Tese de doutorado, COPPE – UFRJ.

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.

TABORELLI, M.; JOBIN, M.; FRANCOIS, P.; VAUDAUX, P.; TONETTI, M.; SZMUKLER-MONCLER, S.; SIMPSON, J.P.; DESCOUTS, P. **Influence of surface treatments developed for oral implants on the physical and biological properties of titanium. (I) surface characterization.** Clin. Oral Implants Res., v.8, n.3, p.208-216, 1997.

THOMPSON, GL; PULEO, DA. **Ti-6Al-4V in solution inhibition of osteogenic cell phenotype as a function of differentiation time course in vitro.** Biomaterials, v.17, n.20, 1996.

UITTO, V.J.; LARJAVA, H.; PELTONEN, J.; BRUNETTE, D.M. **Expression of fibronectin and integrins in cultured periodontal ligament epithelial cells.** J. Dent. Res., v.71, n.5, p.1203-1211, 1992.

VASCONCELOS, L. W. PEFRIW. G., FRANCISCHONE, C. E. **Avaliação clínica de implantes com diferentes superfícies.** Implant News. n. 1. v. 1. p.27-31, 2004.

XAVIER, S.P. **Caracterização e Avaliação da Biocompatibilidade do titânio submetido a diferentes tratamentos de superfície,** Tese de doutorado, Faculdade de odontologia de Araçatuba . Araçatuba, 2003.

WELB, J.C.; STANFORD, C.M.; WIGHTMAN, J.P.; DRAUGHN, R.A.; ZAHARIAS, R. **Characterization of titanium implant surfaces**. III. J. Biomed. Mater. Res., v.28, n.8, p.939-946, 1994.

WENNERBERG, A.; ALBREKTSSON, T.; ANDERSSON, B. **Design and surface characteristics of 13 commercially available oral implant systems**. Int. J. Oral Maxillofac. Implants, v.8, n.6, p.622-633, 1993.

WENZEL, R.N. (1936), **Resistance of Solid Surfaces to Wetting by Water**, Ind. Eng. Chemistry, 28(8), p.988.

WILLIAMS, D.F. **Implants in dental and maxillofacial surgery**. Biomaterials, v.2, n.3, p.133-146, 1981-a.

WILLIAMS, D.F. **Biocompatibility of clinical implant materials**. 1st ed. Boca Raton: CRC Press, 1981-b.

WILLIAMS, D.F. **Titanium: Epitome of biocompatibility or cause of concern**. J. Bone Joint Surg. Br., v.76, n.3, p.348-9, 1994.

Y. OSHIDA Y.J. Lim, **Effects of shot peening on surface contact angles of biomaterials**, Journal Materials Science: Materials in Medicine, 1990 4 443-447.

Y. OSHIDA Y.J. Lim, **Initial contact angle measurements on variously treated dental/medical titanium materials**, Bio-medical materials and engineering, 2001

YOUNG, T., An **Essay on the Cohesion of Fluids**, Philosophical Trans. Royal Society (London), 95, p.65. 1805

8. ANEXOS

Anexo 1.1 - Ângulo de contato das amostras Polidas

| Água destilada | NaCl | Sangue | |
|----------------|---------------|---------------|----------------------|
| 92,7 | 96,2 | 100,7 | |
| 94,7 | 100,7 | 100,9 | |
| 87 | 97,2 | 90,6 | |
| 101,9 | 100,1 | 88,9 | |
| 87 | 112 | 85 | |
| 96,8 | 109,9 | 72,3 | |
| 95,8 | 101,7 | 58,9 | |
| 97,4 | 93,4 | 65,4 | |
| 98,7 | 102,4 | 84,3 | |
| 94,3 | 103,4 | 74,5 | |
| 99,4 | 101 | 75,7 | |
| 93,2 | 103,6 | 77,4 | |
| 96,5 | 119,2 | 94,6 | |
| 90,5 | 119 | 98,2 | |
| 94,70 | 107,60 | 83,38 | Média |
| 4,37 | 7,92 | 13,17 | Desvio Padrão |
| 19,13 | 62,82 | 173,64 | Variância |

Anexo 1.2 – Ângulo de contato das amostras anodizadas (Vulcano)

| Água destilada | NaCl | Sangue | |
|----------------|--------------|--------------|----------------------|
| 4,8 | 25,3 | 21,9 | |
| 7,3 | 15,3 | 13,5 | |
| 5,7 | 15 | 16,4 | |
| 7,2 | 20,7 | 14,3 | |
| 6,1 | 8,3 | 17,9 | |
| 4,6 | 12,3 | 16,2 | |
| 2,1 | 14,2 | 17,4 | |
| 2,3 | 15,6 | 14,9 | |
| 8,1 | 11,5 | 12 | |
| 7,7 | 13,7 | 19,4 | |
| 4,6 | 13,8 | 19,2 | |
| 5,1 | 15,7 | 15,9 | |
| 6,7 | 8,8 | 12,5 | |
| 6,3 | 28,1 | 10,1 | |
| 5,61 | 15,59 | 15,82 | Média |
| 1,84 | 5,63 | 3,22 | Desvio Padrão |
| 3,39 | 31,75 | 10,41 | Variância |

Anexo 1.3 – Ângulo de contato das amostras imersas em Fluoreto

| Água destilada | NaCl | Sangue | |
|-----------------------|---------------|---------------|----------------------|
| 27,9 | 85,4 | 57,4 | |
| 37,5 | 96,7 | 58,7 | |
| 33,2 | 47,1 | 60,9 | |
| 14,6 | 91,4 | 39,5 | |
| 26,7 | 56,6 | 33,4 | |
| 24,1 | 74,8 | 46,4 | |
| 10,6 | 62,4 | 41,3 | |
| 14,6 | 58,2 | 52,8 | |
| 25,4 | 55,4 | 72,3 | |
| 22,7 | 83 | 58,8 | |
| 15,6 | 79,9 | 47,7 | |
| 25,5 | 114,7 | 34 | |
| 35,2 | 58,5 | 79,3 | |
| 36 | 106,9 | 56,9 | |
| 24,97 | 75,81 | 52,81 | Média |
| 8,67 | 21,65 | 13,48 | Desvio Padrão |
| 75,25 | 439,43 | 181,75 | Variância |

Anexo 1.4 – Ângulo de contato das amostras tratadas com ácido (Máster Porous)

| Água destilada | NaCl | Sangue | |
|-----------------------|---------------|---------------|----------------------|
| 99,8 | 102,6 | 72,3 | |
| 78,8 | 102,5 | 58,8 | |
| 97,5 | 121,3 | 99,1 | |
| 86,7 | 101,4 | 101,2 | |
| 89,8 | 107,8 | 90 | |
| 90,8 | 81,5 | 105,2 | |
| 122,7 | 105,3 | 85 | |
| 103,5 | 91,7 | 94,3 | |
| 95,5 | 107,2 | 94 | |
| 92,7 | 103,9 | 97,7 | |
| 80,4 | 136,4 | 81,2 | |
| 97,9 | 101,3 | 109,5 | |
| 112,3 | 100,4 | 73,6 | |
| 98,5 | 105,7 | 84,2 | |
| 96,20 | 104,92 | 89,00 | Média |
| 11,64 | 12,57 | 14,11 | Desvio Padrão |
| 135,62 | 158,07 | 199,32 | Variância |