

TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DE IMPLANTES DENTÁRIOS: SBF

Surface treatment of dental implants: SBF

Maria Cristina Rosifini **ALVES-REZENDE**¹
Stefan Fiuza de Carvalho **DEKON**¹
Carlos Roberto **GRANDINI**²
André Pinheiro de Magalhães **BERTOZ**¹
Ana Paula Rosifini **ALVES-CLARO**³

RESUMO

Diversos tratamentos da superfície dos implantes dentários têm sido desenvolvidos com o objetivo de garantir ancoragem ao tecido ósseo, otimização dos determinantes de estrutura eletrônica, cristalinidade, composição e propriedades. As técnicas de recobrimento têm sido propostas com o objetivo de criar união bioquímica capaz de acelerar as fases iniciais de formação do tecido ósseo, aliando as propriedades positivas do titânio e suas ligas à bioatividade dos materiais cerâmicos. Este trabalho aborda protocolo de manipulação do SBF para recobrimento de ligas de titânio. A obtenção do recobrimento com nucleação de apatita ocorre por imersão do substrato em solução sintética que simula o plasma sanguíneo (Simulated Body Fluid). O protocolo de manipulação da solução SBF permite estabelecer diretrizes racionalizadas quanto ao uso e organizadas de modo a tornar prática sua aplicação.

UNITERMOS: Propriedades de Superfície, durapatita, implante dentário

INTRODUÇÃO

Desde os trabalhos clássicos de Bränemark et al.¹⁰ descrevendo o mecanismo de osseointegração, diversos tratamentos da superfície dos implantes dentários têm sido propostos com o objetivo de garantir além de maior permanência de ancoragem ao tecido ósseo⁴⁵, otimização dos determinantes de estrutura eletrônica, cristalinidade, composição e propriedades⁴.

As modificações de superfície do implante preservam as características de volume da liga modificando propriedades tribológicas (atrito), mecânicas, químicas e biológicas⁴², de tal modo a aumentar sensivelmente o padrão de compatibilidade⁴¹.

Comportamentos celulares, tais como adesão e proliferação são extremamente afetados pela hidrofobicidade, rugosidade, carga, energia livre e morfologia do implante dentário²⁹.

Para Dinato e Polido¹⁴ os processos de tratamento de superfície podem ser classificados em dois tipos: adição e subtração, nos quais são geradas superfícies rugosas/porosas ou rugosas, respectivamente.

Duan e Wang¹⁵ classificam as técnicas de modificação de superfície em três categorias a partir das modificações ocorridas na superfície do substrato:

1) adição de materiais com funções desejáveis; 2) conversão da superfície existente em composições e/ou topografias mais desejáveis; 3) remoção do material existente para criar uma topografia específica. Outra classificação bastante empregada divide as técnicas de modificação de superfície de acordo com o tratamento aplicado em mecânicas, físicas e químicas^{17,27}.

Técnicas de tratamento de superfície de implantes dentários de titânio por recobrimento têm sido propostas com o objetivo de criar união bioquímica capaz de acelerar as fases iniciais de formação do tecido ósseo (biointegração), aliando as propriedades positivas do titânio e suas ligas (como a resistência à fratura, por exemplo) à bioatividade de materiais cerâmicos^{5,8,9}.

Em 1990 Abe et al.¹ propuseram método de recobrimento de materiais bioinertes em solução similar ao fluido corpóreo acelular (SBF) com o objetivo de mimetizar o processo de formação de apatitas biológicas (método biomimético). Outros métodos, com variações na composição da solução de SBF foram também propostos por Barrere et al.⁷, Kokubo²², Liu et al.²⁷, Lu e Leng²⁸, Muller e Muller³⁰, Rigo et al.³⁹ e Yan et al.⁵¹.

1 - Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", UNESP

2 - Faculdade de Ciências de Bauru, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" UNESP

3 - Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" UNESP

Barrere et al.⁷, em 2002, estudaram várias composições de soluções corpóreas simuladas com o propósito de avaliar a influência dos íons HCO_3^- e NaCl^- no processo de mineralização dos fosfatos de cálcio e observaram que a camada de apatita formada sobre a superfície da liga Ti-6Al-4V variou de acordo com a solução utilizada.

Em 2003, Oyane et al.³⁶ chamaram a atenção para a possibilidade de precipitação do bicarbonato de sódio (HCO_3^-) nas soluções de SBF em que as concentrações de íons cloreto estivessem diminuídas e as de bicarbonato aumentadas.

Takadama et al.⁴³ propuseram, em 2004, modificação no SBF (SBF_{mod}) por meio da diminuição da concentração dos íons Cl^- e HCO_3^- para o nível do plasma sanguíneo humano, obtendo resultados semelhantes ao SBF convencional no que diz respeito à reprodutibilidade e estabilidade da camada de apatita formada.

Em 2006, Kokubo e Tadakama²⁵ propuseram fórmula refinada para o SBF-convencional composta por NaCl , NaHCO_3 , KCl , $\text{K}_3\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1.0M-HCl , CaCl_2 , Na_2SO_4 e Tris, com capacidade de formação "in vitro" de camada de apatita sobre materiais metálicos.

Conceitualmente, o tratamento de superfície biomimético se baseia na precipitação heterogênea de fosfatos sobre substratos metálicos por meio da utilização de solução de íons semelhantes ao plasma sanguíneo com vistas à deposição de camada de apatita capaz de aumentar a osseocondutividade e potencializar o processo de osseointegração. Hench et al.¹⁸ demonstraram "in vivo" a formação de camada rica em óxido de silício, recoberta por filme de fosfato de cálcio na superfície de biovidro. Pesquisas posteriores "in vitro" comprovaram a deposição de fosfato de cálcio em superfícies imersas em solução no estado-tampão de trishidroximetilaminometano e ácido clorídrico em pH 7,4.

USO DE SBF: ETAPAS DE PROCESSAMENTO

Três etapas podem ser consideradas no tratamento de superfície para obtenção do recobrimento com nucleação de apatita: tratamento alcalino, tratamento térmico e imersão em SBF (simulated body fluid).

Tratamento Alcalino

Miyazaki et al.³² propõem lavagem das amostras por 15 minutos em mistura de 50% de água destilada e 50% de acetona (sob ultrassom) e secagem ao ar em temperatura ambiente. A seguir recomendam que as amostras sejam imersas em solução aquosa de NaOH a 0,5M, em banho termostatizado a 60°C, por 24 horas. Arvidson et al.⁶ propõe metodologia semelhante exceto pela concentração da solução de hidróxido de sódio: 5M e temperatura e duração do banho termostatizado: 80°C por 72 horas. Em ambas as metodologias, após o tratamento alcalino,

realiza-se lavagem abundante em água destilada e secagem em estufa a 40°C por 24 horas.

Tratamento Térmico

Tem por objetivo promover desidratação da superfície anteriormente atacada pelo tratamento alcalino. Variáveis como temperatura e tempo de exposição da liga ao tratamento térmico estão diretamente relacionadas com a composição da liga. Miyazaki et al.³¹ para ligas do sistema Ti-Ta propõe aquecimento a 300°C por 24 horas, com taxa de aquecimento de 5°C/min. Wei et al.⁴⁶, para ligas do sistema Ti-Mo mantém as amostras a 600°C por 60 minutos. Em ambos os métodos o resfriamento das amostras é realizado dentro do forno até a temperatura ambiente.

Imersão em SBF

Antes da preparação da solução SBF toda vidraria a ser utilizada deve ser lavada com detergente (Extran 5% v/v - Merck Hexágono Química, Brasil, ou similar) e enxaguada com água proveniente do sistema de filtros e osmose reversa Milli-Q. Neste processo purifica-se a água até o grau ultrapura (praticamente livre de íons). Os reagentes (Quadro 1) devem ser pesados em balança analítica com precisão 10^{-3} e dissolvidos em água Milli-Q (900 ml).

Visto que o SBF é uma solução supersaturada em relação à apatita, um método de preparação inadequado pode levar à precipitação da apatita durante o ensaio. Deve-se sempre verificar que no preparo da solução, esta permaneça transparente e que não haja nenhum depósito de precipitado na superfície do recipiente: é aconselhável o uso de agitação magnética. Também o monitoramento do pH durante toda a dissolução dos constituintes previne precipitações prematuras. Um pHmetro calibrado deve ser utilizado. Se alguma precipitação ocorrer, a preparação do SBF deve ser paralisada, a solução deve ser descartada, a vidraria lavada e nova preparação do SBF realizada. Após a dissolução de cada reagente, o pH da solução deve ser igual a 2 ou 3. O pH só deverá ser alterado quando o reagente Tris (tris-hidroximetil-amino-metano) for adicionado à solução. A adição do Tris eleva o pH da solução e deverá atingir 7.45. Após adição do Tris o volume da solução deve ser completado a 1000ml com adição de água Milli-Q. Durante toda a preparação a temperatura da solução deverá ser mantida a 36,5°C com auxílio de mesa aquecedora. Um importante indicativo do sucesso da preparação é a manutenção da limpeza e ausência de cristais ou precipitados em suspensão. É recomendável ao final do processo análise química para confirmar a concentração iônica da solução. O SBF deve ser armazenado em recipiente plástico hermeticamente fechado, em temperatura entre 5 e 10°C, por no máximo 30 dias após sua preparação. Antes de ser utilizada, a solução deve ser filtrada com membrana de tamanho de poro 0.2µm. Para recobrimento uniforme dos espécimes

recomenda-se que estes sejam imersos em funil, tubos de Falcon ou recipiente apropriado que permita posicionamento ideal das amostras para adsorção de íons na superfície desejada.

O volume da solução adequado para imersão dos espécimes é determinado mediante a seguinte relação expressa pela Equação (ISO FDIS 23317, 2005):

$$V_s = \frac{S_a}{10}$$

Onde V_s é o volume SBF (mm³) e S_a a área total da superfície da amostra.

O tempo médio de imersão é de 14 dias. Atingido o período, as amostras são lavadas com água Milli-Q e secas. A secagem poderá ocorrer em estufa a 40°C a 24 horas ou em temperatura ambiente. As amostras, uma vez retiradas do SBF e secas, não podem ser novamente imersas.

Reagentes	Quantidades	Pureza (%)
NaCl	8.055	99.5
NaHCO ₃	0.355	99.5
KCl	0.225	99.5
K ₂ HPO ₄ ·3H ₂ O	0.231	99.0
MgCl ₆ ·6H ₂ O	0.311	98.0
HCl (1,0 M)	39 ml	---
CaCl ₂	0.292	95.0
Na ₂ SO ₄	0.072	99.0
TRIS ⁺	6.118	99.0
HCl (1,0 M)	0.5 ml	---

Quadro 1 - Ordem de adição dos reagentes, quantidade e grau de pureza para preparar 1L da solução SBF convencional (Takadma e Kokubo, 2006)

DISCUSSÃO e CONCLUSÃO

A biocompatibilidade da liga, o formato e a qualidade da superfície do implante, a técnica cirúrgica aplicada para sua instalação, bem como sua adaptação ao leito receptor e as condições sistêmicas do organismo são fatores determinantes na osseointegração².

As propriedades macroscópicas e microscópicas da superfície do implante protagonizam de forma decisiva o processo de cicatrização óssea após sua instalação⁵² de tal modo a comandar a resposta biológica. Significa dizer que modificações superficiais dos substratos a serem implantados podem ser críticas, uma vez que a osseointegração não ocorre diretamente entre o metal e o tecido ósseo, mas entre as biomoléculas do tecido e a camada de óxido do metal^{2,20}.

A topografia da superfície do implante, sua rugosidade, energia de superfície e ainda a orientação e o formato das irregularidades da superfície²¹, estão relacionadas não só à adesão e crescimento celular,

mas também à manutenção da osseointegração a longo prazo^{35,40,47}.

De um modo geral o aumento da rugosidade da superfície dos implantes aumenta a molhabilidade da superfície, afetando diretamente a adsorção das proteínas depositadas, além de facilitar não só a estabilidade inicial do coágulo como também a aderência, locomoção e espraiamento das células rugofílicas (osteoblastos, macrófagos, células epiteliais e leucócitos)¹⁵, melhorando a interação biomecânica do implante com tecido ósseo^{11-13,19, 26,38, 44, 47-50}.

Para Elias et al.¹⁶ quanto menor a direcionalidade da rugosidade na superfície do implante, melhor a cinética do processo de neoformação óssea.

Independente da topografia de superfície do titânio, a bioatividade desta superfície não é grande o suficiente para induzir o crescimento de tecido ósseo em um curto período de tempo³⁶. Neste sentido, as técnicas de recobrimentos, dentre elas o biomimético, têm sido propostas com o objetivo de potencializar quimicamente as interações entre a superfície do implante e os tecidos e células perimplantares^{34,37}.

O tratamento biomimético baseia-se na precipitação heterogênea de fosfatos de cálcio, tais como a hidroxiapatita, sobre substratos metálicos em solução de íons semelhante ao plasma sanguíneo (SBF)^{3,33} objetivando potencializar a osseocondutividade e osseointegração do implante⁸. Trata-se de método atrativo para melhorar a qualidade da interface osso-implante, principalmente nos períodos iniciais da cicatrização³⁴.

Para Kokubo et al.²³ a presença de camada de apatita biologicamente ativa na superfície do implante (bone like apatite) reduz a energia na interface com o tecido ósseo, sinalizando positivamente às proteínas e células para o início da cascata de eventos teciduais que resultam na formação da estrutura óssea.

O protocolo desenvolvido por Kokubo e Takadama²⁵ para o processamento biomimético de implantes de titânio estabelece etapas prévias de tratamento alcalotérmico de tal modo que a permitir o recobrimento espontâneo da superfície do titânio por uma fina camada de óxido de titânio (TiO₂), o que a torna quimicamente estável. Quando os implantes são imersos em solução alcalina (NaOH) há dissolução da camada de óxido permitindo a corrosão e formação de grandes poros na superfície do material, seguida de incorporação dos íons sódio aos íons HTiO₃⁻, de tal sorte a se formar um gel quimicamente instável, chamado titanato de sódio (Na₂TiO₃). O tratamento térmico subsequente promove desidratação desta camada, estabilizando-a como titanato de sódio amorfo contendo pequenas quantidades de titanato de sódio cristalino (Na₂Ti₅O₁₁) e rutilo (TiO₂). Quando os implantes são finalmente imersos em SBF a 37°C, os íons Na⁺ são substituídos por íons H₃O⁺ do SBF formando grupos TiOH na superfície, atraindo íons Ca²⁺

do fluido e formando titanato de cálcio (CaTiO_3) amorfo. Simultaneamente, há acúmulo de íons Ca^{2+} , tornando a superfície levemente positiva, atraindo íons fosfato (PO_4^{2-}) para formar fosfato de cálcio amorfo ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$). A camada de apatita resultante é fortemente ligada ao substrato já que se integra ao titânio a partir do óxido de titânio²⁵.

O método biomimético de recobrimento de superfície apresenta vantagens em relação aos demais métodos de tratamento de superfície, tais como: baixo custo; deposição em implantes com qualquer geometria; processamento em baixas temperaturas (condições fisiológicas, isto é, a 37°C) com possibilidade de utilização no revestimento de materiais sensíveis à temperatura, tais como os polímeros. Ademais, a união química do revestimento ao substrato garante camada uniforme e retentiva, com possibilidade de incorporar moléculas orgânicas (proteínas) aos cristais formados²³⁻²⁵.

ABSTRACT

Various surface treatments of dental implants have been developed in order to ensure anchorage to bone tissue, optimization of the determinants of electronic structure, crystallinity, composition and properties. Coating techniques have been proposed in order to create union biochemical able to accelerate the early stages of bone tissue, combining the positive properties of titanium and its alloys bioactivity of ceramic materials. This paper discusses protocol for handling the SBF coating of titanium alloys. The apatite phase nucleation occurs by immersing the substrate in synthetic solution simulating blood plasma (Simulated Body Fluid). The protocol allows manipulation of the SBF solution to establish guidelines regarding the use streamlined and organized to make practical application .

UNITERMS: *Surface properties, durapatite, dental implantation*

REFERÊNCIAS

1. Abe Y, Kokubo T, Yamamuro T. Apatite Coating on ceramics, metals and polymers utilizing a biological process. *J Mat Sci Mater Med.* 1990; 1(4): 233-8.
2. Albrektsson T, Brånemark P-I, Hansson H, Lindström J. Osseointegrated titanium implants: requirements for insuring a long-lasting, direct bone-to-implant anchorage in man. *Acta Ortho Scand.* 1981; 52: 155-70.
3. Andrade MC, Sader MS, Filgueiras MRT, Ogasawara T. Microstructure of ceramic coating on titanium surface as a result of hydrothermal treatment. *J Mater Sci Mater Med.* 2000;11: 751-5.
4. Anselme K, Bigerelle M, Noel B, Dufresne E, Judas D, Iost A, et al. Qualitative and quantitative study of human osteoblast adhesion on materials with

- various surface roughnesses. *J Biomed Mat Res.* 2000; 49 (2):155-66.
5. Aoki H. Medical applications of hydroxyapatite. Tokyo: Ishiyaku Euroamerica; 1994
6. Arvidsson A, Franke-Stenport V, Andersson M, Kjellin P, Sul YT, Wennerberg A. Formation of calcium phosphates on titanium implants with four different bioactive surface preparations: an in vitro study. *J Mater Sci Mater Med.* 2007; 18(10):1945-54.
7. Barrere F, Van Blitterswijk CA, De Groot K. Influence of ionic strength and carbonate on the Ca-P coating formation from SBFx5 solution. *Biomaterials* 2002; 23 (9):1921-30.
8. Block MS, Kent JN, Kay JF. Evaluation of hydroxylapatite-coated titanium dental implants in dogs. *J Oral Maxillofac Surg.* 1987; 45: 601-7.
9. Boyan BD, Lossdorfer S, Wang L, Zhao G, Lohmann CH, Cochran DL, Schwartz Z. Osteoblasts generate an osteogenic microenvironment when grown on surfaces with rough micro-topographies. *Eur Cell Mater.* 2003; 6: 22-7.
10. Brånemark P-I, Hansson BO, Adell R, Breine U, Lindström J, Hallen O, et al. Osseointegrated implants in the treatment of edentulous jaw. Experience from a 10-year period. *Scand J Plast Reconstr Surg.* 1977; 11 (suppl 16): 1-132
11. Buser D, Schenk R, Steinemann S, Fiorellini JP, Fox CH, Stich H. Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implants a histomorphometric study in miniature pigs. *J Biomed Mater Res.* 1991; 25:889-902.
12. Cordioli G, Majzoub Z, Piattelli A, Scarano A. Removal torque and histomorphometric investigation of 4 different titanium surfaces: an experimental study in the rabbit tibia. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2000; 15(5): 668-74.
13. Davies JE. Mechanisms of endosseous integration. *Int J Prosthodont.* 1998; 11: 391-401
14. Dinato JC, Polido WD. Implantes osseointegrados: cirurgia e prótese. São Paulo: Artes Médicas; 2004.
15. Duan K, Wang R. Surface modifications of bone implants through wet chemistry. *J Mater Chem.* 2006; 16 (24):2309-21.
16. Elias CN, Lima JHC, Barboza EP. Diferentes superfícies dos implantes dentários. 3. Congresso Latino Americano de Órgãos Artificiais e Biomateriais. Campinas-SP; 2004.
17. Escada ALA. Preparação de superfície bioativa na liga Ti-7.5Mo para uso em Odontologia. 2009. 103f. Dissertação [mestrado] – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá (Unesp), Guaratinguetá.
18. Hench LL, Ogino M, Ohuchi F. Compositional dependence of the formation of calcium phosphate films on bioglass. *J Biomed Mater Res.* 1980; 14:55-64.
19. Ivanoff C-J, Widmark G, Johansson C, Wennerberg A. Histologic evaluation of bone response to oxidized and turned titanium micro-implants in the human jawbone. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2003; 18: 341-8.

20. Kasemo B, Lausmaa, J. Surface science aspects on inorganic biomaterials. *Crit Rev Biocompat.* 1986; 2(4): 335-80.
21. Kim Y-H, Koak J-Y, Chang I-T, Wennerberg A, Heo S-J. A histomorphometric analysis of the effects of various surface treatment methods on osseointegration. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2003; 18(3): 349-56.
22. Kokubo T. Apatite formation on surfaces of ceramics, metals and polymers in body environment. *Acta Biomater.* 1998; 46 (7):2519-27.
23. Kokubo T, Kim HM, Kawashita M. Novel bioactive materials with different mechanical properties. *Biomaterials* 2003; 24(13):2161-75.
24. Kokubo T, Kawashita M, Nakamura T. What kinds of materials exhibit bone-bonding? In: Davies, J.E. (eds), *Bone engineering*, Toronto: Canadá; 2000.
25. Kokubo T, Takadama H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity? *Biomaterials* 2006; 27(15):2907-15.
26. Liu X, Chu PK, Chuanxian D. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. *Mater Sci Eng R.* 2004; 47 (3-4):49- 121.
27. Liu Y, Hunziker EB, Randall NX. Proteins incorporated into biomimetically prepared calcium phosphate coatings modulate their mechanical strength and dissolution rate. *Biomaterials* 2003; 24 (1):65-70.
28. Lu X, Leng Y. Theoretical analysis of calcium phosphate precipitation in simulated body fluid. *Biomaterials* 2005; 26 (10):1097-108.
29. Marques C. Tratamento de Superfícies de Implantes de Titânio. 2007. 107f. Dissertação [mestrado] - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro.
30. Muller L, Muller FA. Preparation of SBF with different HCO₃⁻ content and its influence on the composition of biomimetic apatites. *Acta Biomater.* 2003; 2 (2):181-9.
31. Miyazaki M, Iwasaki K, Onose H, Moore BK. Resin modified glassionomers effect of dentin primer application on the development of bond strength. *Eur J Oral Sci.* 1999; 107 (5):393-9.
32. Miyazaki T, Kim HM, Miyaji F, Kokubo T, Kato H, Nakamura T. Bioactive tantalum metal prepared by NaOH treatment. *J Biomed Mater Res. Part A* 2000; 50 (1):35-45.
33. Nguyen HQ, Deporter DA, Pilliar RM, Valiquette N, Yakubovich R. The effect of sol-gel formed calcium phosphate coatings on bone ingrowth and osteoconductivity of porous-surfaced Ti alloy implants. *Biomaterials* 2004; 25(5):865-76.
34. Nishiguchi S, Kato H, Neo, M, Oka M, Kim H-M, Kokubo T, et al. Alkali- and heat-treated porous titanium for orthopedic implants. *J Biomed Mater Res.* 2001; 54(2):198-208.
35. Ong JL, Carnes DL, Bessho K. Evaluation of titanium plasma-sprayed and plasma-sprayed hydroxyapatite implants in vivo. *Biomaterials* 2004; 25(19): 4601-6.
36. Oyane A, Kim HM, Furuya T, Kokubo T, Miyazaki T, Nakamura T. Preparations and assessment of revised simulated body fluids. *J Biomed Mater Res.* 2003; 65A: 189-95.
37. Piatelli A, Manzon L, Scarano A, Paolantonio M, Piattelli M. Histologic and histomorphometric analysis of the bone response to machined and sandblasted titanium implants: an experimental study in rabbits. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1998; 13: 805-10.
38. Raghavendra S, Wood MC, Taylor TD. Early wound healing around endosseous implants: a review of the literature. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2005; 20: 425-31.
39. Rigo, ECS, Oliveira LC, Santos LA, Boschi AO, Carrodeguas RG. Implantes metálicos recobertos com hidroxiapatita. *Rev Eng Biom.* 1999;15(1-2): 21-9.
40. Romanos GE, Toh CG, Siar CH, Wicht H, Yacoob H, Nentwig G-H. Boneimplant interface around titanium implants under different loading conditions: a histomorphometrical analysis in the *Macaca fascicularis* monkey. *J Periodontol.* 2003; 74(10): 1483-90.
41. Schulz A, Stock HR, Mayr P. Physical vapour deposition of TiN hard coatings with additional electron beam heat treatment. *Mater Sci Eng A* 1991; **140**: 639-46
42. Sioshansi P, Tobin EJ. Surface treatment of biomaterials by ion beam process. *Surf Coat Technol.* 1996; 83: 175-82.
43. Takadama H, Hashimoto M, Mizuno M, Kokubo T. Round-robin teste f SBF for in vitro measurement of apatite-forming ability of synthetic materials. *Phos Res Bull.* 2004; 17: 119-25.
44. Trisi P, Keith DJ, Rocco S. Human histologic and histomorphometric analyses of hydroxyapatite-coated implants after 10 years of function: a case report. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2005; 20: 124-30.
45. Vanzillotta PS, Sader MS, Bastos IN, Soares GA. Improvement of in vitro titanium bioactivity by three different surface treatments. *Dent Mater.* 2006; 22 (3):275-82.
46. Wei M, Uchida M, Kim KM, Kokubo T, Nakamura T. Apatite forming ability of calcium-containing titania. *Biomaterials* 2002; 23 (1):167-72.
47. Weng D, Hoffmeyer M, Hürzeler MB, Richter E-J. Osseotite® vs. machined surface in poor bone quality: a study in dogs. *Clin Oral Implants Res.* 2003; 14: 703-8.
48. Wennerberg A, Albrektsson T, Andersson B, Kroll JJ. A histomorphometric and removal torque study of screw-shaped titanium implants with three different surface topographies. *Clin Oral Implants Res.* 1995; 6: 24-30.

49. Wennerberg A, Albrektsson T, Ulrich H, Krol JJ. An optical three-dimensional technique for topographical descriptions of surgical implants. *J Biomed Eng.* 1992; 14: 412-8.
50. Wennerberg A, Ektessabi A, Albrektsson T, Johansson C, Andersson B. A 1- year follow-up of implants of different surface roughness placed in rabbit bone. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1997; 12: 486 –94.
51. Yan WQ, Nakamura T, Kawanabe K, Nishiguchi S, Oka M, Kokubo T. Apatite layer-coated titanium for use as bone bonding implants. *Biomaterials* 1997;18:1185–90.
52. Zechner W, Tangl S, Fürst G, Tepper G, Thams U, Mailath G et al. Osseous healing characteristics of three different implant types: a histologic and histomorphometric study in mini-pigs. *Clin Oral Impl Res.* 2003; 14: 150-7.

Endereço para correspondência

Maria Cristina Rosifini Alves Rezende
Faculdade de Odontologia de Araçatuba - UNESP
rezende@foa.unesp.br