



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA**



## **LUÍS GERALDO VAZ**

Análise de corrosão, dureza e fratura de conjuntos  
implantes/componentes protéticos de Titânio c.p., após  
serem submetidos a ciclos de fadiga em um meio  
fluoretado com diferentes pH

ARARAQUARA

2007



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA**



## **LUÍS GERALDO VAZ**

Análise de corrosão, dureza e fratura de conjuntos  
implantes/componentes protéticos de Titânio c.p., após  
serem submetidos a ciclos de fadiga em um meio  
fluoretado com diferentes pH

TESE APRESENTADA À FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE  
ARARAQUARA, DA UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA "JÚLIO DE  
MESQUITA FILHO", PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE LIVRE-  
DOCENTE.

Araraquara  
2007

Vaz, Luís Geraldo

Análise de corrosão, dureza e fratura de conjuntos implantes/componentes protéticos de Titânio c.p., após serem submetidos a ciclos de fadiga em um meio fluoretado com diferentes pH / Luís Geraldo Vaz. – Araraquara: [s.n.], 2007.

64 f. ; 30 cm.

Tese (Livre-Docência) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia.

1. Titânio 2. Implantes dentários 3. Fluoretos 4. Fadiga  
5. Corrosão I. Título

**LUÍS GERALDO VAZ**

**ANÁLISE DE CORROSÃO, DUREZA E FRATURA DE  
CONJUNTOS IMPLANTES/COMPONENTES  
PROTÉTICOS DE TITÂNIO C.P., APÓS SEREM  
SUBMETIDOS A CICLOS DE FADIGA EM UM MEIO  
FLUORETADO COM DIFERENTES PH**

**COMISSÃO JULGADORA  
TESE PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE LIVRE-DOCENTE**

1º Examinador: Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

2º Examinador: Prof. Dr. Carlos Alberto dos Santos Cruz

2º Examinador: Prof. Dr. Marcelo Ferraz Mesquita

2º Examinador: Prof. Dr. Guilherme Elias Pessanha Henriques

2º Examinador: Profa. Dra. Alma Blásida Concepción Elizaur Benitez Catirse

Araraquara, 28 de junho de 2007.

# ***DADOS CURRICULARES***

***LUÍS GERALDO VAZ***

**NASCIMENTO** 06 de julho de 1961 – São Carlos/SP

**FILIAÇÃO** *Francisco Vaz Filho*  
Therezinha Barbosa Vaz

**1984-1989** Graduação em Química  
Universidade de São Paulo - USP

**1993-1995** Pós-Graduação em Química – Nível Mestrado  
Instituto de Química de Araraquara  
Universidade Estadual Paulista - UNESP

**1995-1998** Pós-Graduação em Química – Nível Doutorado  
Instituto de Química de Araraquara  
Universidade Estadual Paulista - UNESP

**1998-2000** Pós-Doutorado em Materiais Dentários  
Faculdade de Odontologia de Araraquara  
Universidade Estadual Paulista - UNESP

**2007** Livre-Docência  
Faculdade de Odontologia de Araraquara  
Universidade Estadual Paulista - UNESP

## ***Dedico esse trabalho ...***

***A Deus.***

*Aos **Líderes** que não dão ordens, mas que aconselham, que persuadem, que convencem, por que a sua competência é a maior autoridade de que se valem.*

*Aos meus **Pais** (em memória), de onde estiverem, pelas suas palavras, seus conselhos, suas idéias, suas observações, valeram-me muito, para minha integração e formação na escola da vida.*

*Aos meus filhos **Felipe e Mariana**, que hoje quase adultos estão trilhando para um caminho de sucesso, souberam entender os momentos de ausência e a falta de atenção em muitos momentos.*

*A **Ester**, mulher de fibra, corajosa e obstinada que em todos os momentos nesses anos juntos, nunca desanimou, mesmo nos momentos mais difíceis, mostrou bom senso e companheirismo.*

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

Ao **Prof. Dr. Antônio Carlos Guastaldi**, que foi o meu orientador na Pós - Graduação, nos cursos de Mestrado e Doutorado, que me passou vários conhecimentos científicos, dando oportunidade e me encaminhando para novos desafios, sempre com competência.

Ao **Prof. Dr. Welington Dinelli**, que possibilitou o meu ingresso no Pós - Doutorado, junto à disciplina de Materiais Dentários, e abriu as portas da Faculdade de Odontologia de Araraquara, acreditando no meu potencial.

Aos colegas de disciplina **Gelson Luis Adabo, Carlos Alberto dos Santos Cruz e Renata Garcia Fonseca**, que me receberam muito bem no meu ingresso como docente e, pelo excelente ambiente que cultivamos.

Aos meus ex-alunos de Pós - Graduação, **Jorge Noriega e Rafael Sartori**, que foram precursores dessa nova linha de pesquisa, que resultou nessa tese de Livre-Docência e outras.

Aos meus atuais alunos de Pós - Graduação que estão dando continuidade à linha de pesquisa, **Roberto Salles e Pessoa, Ana Lúcia Roselino Ribeiro e Romeu Belon Fernandez Filho**, além estarem desenvolvendo os seus respectivos trabalhos, também estão cooperando na orientação dos alunos de iniciação científica.

## **AGRADECIMENTOS**

À Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, na pessoa da sua Diretora Profa. Dra. **Rosemary Adriana Chiéríci Marcantonio** e de seu Vice-Diretor Prof. Dr. **José Cláudio Martins Segalla**.

Ao Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, na função de Chefe Prof. Dr. **Carlos Alberto dos Santos Cruz** e de Vice-Chefe Profa. Dra. **Regina Helena Barbosa Tavares da Silva**.

Ao Prof. Dr. **Carlos Rossa Júnior**, coordenador do Programa de Pós – Graduação em Periodontia.

Ao **NUPE**, Núcleo de Extensão da UNESP, que possibilitou o desenvolvimento de um trabalho de pesquisa junto às comunidades quilombolas do Vale do Ribeira, com financiamento do MEC.

À Profa. Dra. **Aparecida da Silva Braga** pela amizade e pela parceria em diversos trabalhos, sempre com muita disposição.

Aos meus ex-alunos de iniciação científica que muito contribuíram para desenvolvimento dessa nova linha de pesquisa, **Tatiane Ferrari, Fernanda Hirasawa, Marcel Massuro Matsushita, Karina Borsato, Cássia Bellotto Corrêa e Shara Tabita da Silva Cerqueira**.

Aos atuais alunos de iniciação que vem desenvolvendo os seus respectivos trabalhos com muita determinação e espírito de equipe, **Rangelly Pereira de Araújo, Glícea Maria Silva Bizinoto, Aline Pereira, Marcela Muzetti Daloia e Sabrina Alessandra Rodrigues**.

Ao Prof. Dr. **Elcio Marcantonio Junior** pela co-orientação eficiente junto aos alunos de Pós – Graduação.



Aos **Professores** do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, pela competência e disponibilidade.

Ao Prof. Dr. **Fábio Roberto Dametto**, companheiro de disciplina na Pós – Graduação, sempre atuante e versátil, coopera com o grupo com os seus conhecimentos em microscopia eletrônica.

Ao Doutorando **Matheus Guilherme Lucas**, regularmente matriculado no Programa de Pós – Graduação em Reabilitação Oral da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, que foi determinante para o desenvolvimento do Projeto UNIAFRO no Vale do Ribeira.

Aos funcionários da Biblioteca, sempre prestativos, em particular à **Maria Helena Matsumoto Komasti Leves** pela amizade e disponibilidade.

Aos funcionários da **Pós – Graduação**, sempre eficientes e precisos nos seus afazeres.

Aos funcionários do 4º Andar, pelo respeito e disponibilidade sempre demonstrados, **Adelaide, Adelaidinha, Ângela, Cláudio, Dulce, Júnior, Malú, Mane, Silvia e Zé Carlinhos**.

À Secretária do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP **Maria Lúcia Carneseca Montoro**, que mesmo nos momentos adversos, sempre se mostrou atenciosa e prestativa.

À **Marta Almeida de Ponte**, Escriturária do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, pela disponibilidade e gentileza que sempre nos atendeu.

À **Nilce Aparecida Sotratto Piovani**, pela competência que participa da Comissão de Resíduos da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, da qual sou coordenador, muito obrigado.

Aos amigos de lazer, **Tadeu, Luzia, Célio, Fernando, Fernanda, Cássia, Osni**, obrigado pela convivência.

A todos os funcionários da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, em especial aos motoristas e aos funcionários da zeladoria.

À **FAPESP** e **FUNDUNESP** pelo apoio financeiro para o desenvolvimento deste trabalho.

A todos que, direta ou indiretamente, colaboraram e tornaram possível a realização deste trabalho.

## ***SUMÁRIO***

|                              |           |
|------------------------------|-----------|
| <b>RESUMO</b>                | <b>10</b> |
| <b>ABSTRACT</b>              | <b>11</b> |
| <b>COMENTÁRIOS GERAIS</b>    | <b>12</b> |
| <b>INTRODUÇÃO</b>            | <b>13</b> |
| <b>MATERIAL E MÉTODO</b>     | <b>18</b> |
| <b>RESULTADO E DISCUSSÃO</b> | <b>33</b> |
| <b>CONCLUSÃO</b>             | <b>56</b> |
| <b>REFERÊNCIAS</b>           | <b>57</b> |

Vaz LG. Análise de corrosão, dureza e fratura de conjuntos implantes/componentes protéticos de Titânio c.p., após serem submetidos a ciclos de fadiga em um meio fluoretado com diferentes Ph [tese Livre-Docência]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2007.

## **RESUMO**

Atualmente o titânio é empregado como biomaterial devido à sua biocompatibilidade e resistência à corrosão. Entretanto, íons fluoretos, freqüentemente empregados em dentifrícios bucais, podem interferir no processo de corrosão. O objetivo deste estudo foi analisar a influência de um meio fluoretado com diferentes pH nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão dos conjuntos implantes/componentes protéticos à base de Ti c.p., a partir dos testes de fadiga, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e dureza. Foram simulados cinco anos de uso regular de meios de higiene oral com conteúdo de 1500 ppm de NaF, com dois diferentes pH, 7,4 e 5,3, mediante imersão das amostras nesses meios durante 184 horas e também em água destilada, grupo controle. As amostras foram testadas num durômetro Micromet 2001 (500gf/30s). Os dados dos testes de dureza foram analisados pelo teste de Wilcoxon, demonstrando que as amostras sofreram influência negativa na dureza após a ação dos íons fluoreto. Entretanto, essa influência não ocorreu nos testes de fadiga realizados em uma máquina de ensaios mecânicos MTS-810, fixada a 100.000 ciclos, 15Hz e programada com força de fadiga a 150 N. Pela análise de MEV foram constatadas evidências de corrosão na superfície das amostras após ação de íons fluoretos, entretanto pelo EDS não se verificou incorporação de íons fluoretos sobre a superfície dos conjuntos. Concluiu-se que a concentração de flúor e o pH das soluções não exerceram influência nas propriedades mecânicas.

**Palavras-chave:** Titânio; implantes dentários; fluoretos; fadiga; corrosão.

Vaz LG. Corrosion, hardness and fracture analysis of implant/abutment sets after fatigue in fluoride environment with different pH values [tese Livre-Docência]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2007.

## **ABSTRACT**

Titanium has been widely used as biomaterial owing to its excellent corrosion resistance, mechanical properties and biocompatibility. However, it has been reported that fluoride-containing environments can attack titanium. The aim of this study was evaluated fluoride environments influence with different pH values in the implant/abutment sets. The implants were separated into 3 groups containing 7 implants/brand: one was submerged in acid fluoride environment (NaF 1500ppm 184h pH 5.3), one in neutral fluoride environment (NaF 1500ppm 184h pH 7.4), and other group in distilled water, simulating five years of dental hygiene. Hardness and surface texture were evaluated before and after fluoride exposition by Vickers method (500gf/30s) and scanning electron microscopy (SEM), respectively. The fatigue test was performed with 100.000 load cycles, 15 Hz and 150 N. There was decrease in hardness in implants submitted to the fluoride environment. SEM and EDS evaluation showed dark stains in all implants, irrespective of fluoride pH, resulting from pitting corrosion process. All sets supported the fatigue test until 100.000 load cycles. The results demonstrated that fluoride environment there was no influence in mechanical properties of the implant/abutment sets.

**Keywords:** Titanium; dental implants; fluoride; fatigue; corrosion.

## COMENTÁRIOS GERAIS

A presente Tese de Livre-Docência, intitulada ***Análise de corrosão, dureza e fratura de conjuntos implantes/componentes protéticos de Titânio c.p., após serem submetidos a ciclos de fadiga em um meio fluoretado com diferentes pH,*** contou com apoio financeiro da FAPESP - Auxílio à Pesquisa (processo 04/09621-9) e, da FUNDUNESP – Auxílio à Pesquisa (processo 00565/06-DFP), abordou como tema o estudo dos processos de corrosão e propriedades mecânicas do titânio utilizados na implantodontia. O titânio tem sido empregado na área de saúde como biomaterial devido às suas boas propriedades físicas, químicas e mecânicas. A sua biocompatibilidade com os tecidos é devida à formação de uma camada passiva em sua superfície: o óxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ). Uma das principais características do óxido de titânio é a sua resistência à corrosão, devida à ligação estável do oxigênio com o titânio. Entretanto, na presença de flúor, esta resistência decresce e o titânio é facilmente degradado. De acordo com essas afirmações, nesta Tese procurou-se estudar a influência de um meio fluoretado em conjuntos implantes/componentes protéticos de titânio, procedentes de três marcas comerciais, 3i®, Neodent® e Nobel Biocare®. De acordo com os resultados obtidos já foram aceitos e apresentados trabalhos em Congressos de Iniciação Científica, Jornadas Acadêmicas, Reuniões do SBPqO e no Congresso Internacional da AADR. Os resultados também propiciaram a redação de três artigos científicos já enviados para a publicação em revistas internacionais e dois artigos de revisão de literatura publicados em revistas nacionais.

## **INTRODUÇÃO**

Na área Odontológica os biomateriais estão em contato permanente com meios agressivos, como placa bacteriana e saliva, sendo necessário o desenvolvimento de materiais resistentes ao desgaste e à corrosão, bem como serem biocompatíveis.

O uso do Titânio e suas ligas como biomateriais possui um alto índice de sucesso, devido a uma combinação favorável de suas propriedades mecânicas, físicas e químicas como baixa densidade, alta resistência mecânica, baixo módulo de elasticidade, alta resistência à corrosão e excelente biocompatibilidade (Steinemann, 1998; Massaro et al., 2002). O sucesso destes biomateriais está ligado diretamente a estas propriedades, pois o biomaterial que será utilizado, estará constantemente submetido a esforços mecânicos, térmicos e à agressividade do meio hospedeiro (O'Brien, 1997), devendo existir um equilíbrio dinâmico entre fatores biológicos e mecânicos (Cibirka et al., 2001). Esses fatores conhecidos como biocompatibilidade e biofuncionalidade devem ser observados durante a escolha de um biomaterial para uma determinada aplicação.

Os biomateriais à base de titânio, além da biocompatibilidade e biofuncionalidade, têm uma excelente resistência mecânica, sendo o titânio comercialmente puro (Ti c.p.), amplamente utilizado na Odontologia e mais particularmente na Implantodontia na fabricação de implantes dentais, possuidor de uma alta ductibilidade, resistindo a forças cíclicas no ambiente bucal.

Essas forças cíclicas, conhecidas como fadiga, são produzidas pelos movimentos mastigatórios com uma variação de força de até 370 N e

uma frequência de 1,25 Hz (Lindquist et al., 1985; Mericske-Stern, Zarb, 1996; Khraisat et al., 2002). Com a fadiga, o implante dental começa a desenvolver microtrincas internas que podem aumentar em número e tamanho conforme a quantidade de ciclos. Em um conjunto implante/componente protético, a fadiga leva a micromovimentos deste sistema, resultando em afrouxamento do conjunto, fendas no implante, trincas no parafuso de união do componente protético ou até mesmo a ruptura do implante dental (Hoyer et al., 2001).

Além dos esforços mecânicos pode ser presumido que os implantes também serão expostos a meios agressivos na cavidade bucal, como placa bacteriana e saliva. Este ambiente é particularmente favorável à biodegradação de metais devida às suas propriedades térmicas, iônicas, microbiológicas e enzimáticas (Fathi et al., 2003). Daí a necessidade do desenvolvimento e avaliação de materiais resistentes tanto ao desgaste quanto à corrosão.

Corrosão é o resultado de reações eletroquímicas que ocorrem entre um material metálico e o meio ambiente ao redor. A alta resistência à corrosão do titânio é devido à formação de uma camada estável e densa de óxido de titânio em sua superfície, responsável pela estabilidade química no organismo (Kasemo, Lausmaa, 1988; Aziz-Kerrzo et al., 2001; Huang, 2002). Essa camada é formada rapidamente pela alta reatividade do titânio com o oxigênio, formando vários óxidos, sendo o  $\text{TiO}_2$  o principal óxido formado. A espessura desta camada varia de 10 a 20 nm e não deve se romper sob nenhuma condição (Toumelin-Chemla et al., 1996), sendo o titânio comercialmente puro amplamente usado na fabricação de implantes, portador



de uma maior resistência à corrosão em relação às outras ligas de titânio (Vargas et al., 1992).

Este grau de resistência permanece elevado contra a maioria dos ácidos minerais, mesmo em meios muito agressivos, tais como HCl (ácido clorídrico) ou  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (ácido sulfúrico), permanecendo a corrosão do titânio extremamente baixa nessas situações (Toumelin-Chemla et al., 1996; O'Brien, 1997; Donachie Jr, 1987; Barjj, 1976).

Considerado como um dos poucos meios capazes de atacar com uma ação corrosiva a superfície do titânio, os íons fluoreto são componentes efetivos nesse processo (Barjj, 1976), pois quando o titânio é colocado em contato com um meio fluoretado, sua camada de óxido é danificada e o titânio é facilmente degradado. Isto ocorre devido à incorporação de íons fluoreto na camada de óxido, reduzindo consideravelmente as suas propriedades protetoras (Toumelin-Chemla et al., 1996; Strietzel et al., 1998; Koike, Fujii, 2001; Huang, 2002; Reclaru, Meyer, 1998).

A utilização dos géis fluoretados e soluções contendo altos níveis de fluoretos como medida profilática em Odontologia, desde os últimos 40 anos, tem sido cada dia maior devido ao grande impacto na prevenção da cárie (Stookey, 1990); a utilização deles sobre as superfícies de titânio, presente em certos materiais utilizados em Odontologia, é um assunto que já tem sido estudado, assim como reportado como danificador da superfície do implante (Strietzel et al., 1998; Siirilä, Könönen, 1991). Soluções contendo mais de 20 ppm de íon fluoreto podem destruir a camada de óxido de titânio (Schutz, Thomas, 1989).

A maioria dos trabalhos encontrados na literatura (Siirilä, Könönen, 1991; Toumelin-Chemla et al., 1996; Strietzel et al., 1998; Koike, Fujii, 2001) utilizaram discos de Ti c.p. para avaliar o processo de corrosão causado pelos fluoretos. Grandes concentrações de fluoretos associados com um pH extremamente ácido levaram a um processo corrosivo do Titânio, o que interferiu em suas propriedades mecânicas, com diminuição da dureza e da resistência à fadiga (Koike, Fujii, 2001; Toumelin-Chemla et al., 1996).

A fadiga do conjunto implante/componente protético associado à exposição aos íons fluoreto, pode levar ao afrouxamento do componente, formando fendas entre implante/abutment que servem de regiões de acúmulo de placa, bem como os fluoretos podem causar corrosão, deixando as superfícies que estão expostas à cavidade bucal mais rugosa, facilitando a adesão de microrganismos, onde os quais estarão protegidos contra os mecanismos de higiene oral (movimentos de escovação, movimentos de deglutição e fluxo do fluido crevicular). A partir deste acúmulo, uma reação inflamatória poderá se originar devido à resposta do hospedeiro a estes microrganismos, desenvolvendo uma peri-implantite que se não tratada, levará a uma destruição óssea em torno do implante com conseqüente perda do mesmo (Rimondini et al., 1997; Morgan, Wilson, 2001; Scarano et al., 2004).

Os estudos do comportamento dos implantes dentários frente à fadiga e a ação corrosiva dos agentes químicos contendo flúor a médio e longo prazo são poucos, havendo necessidade de caracterizar o material mecanicamente, fisicamente e quimicamente.

Portanto, a proposta deste trabalho foi analisar os processos de corrosão e fratura causados pelo meio fluoretado em diferentes pH, na fadiga

dos conjuntos implantes/componentes dentários de titânio, com duas diferentes superfícies, uma superfície lisa e outra tratada, de três marcas comerciais disponíveis no mercado nacional.

## ***MATERIAL E MÉTODO***

### ***MATERIAL***

No presente estudo foram utilizados implantes dentais à base de titânio comercialmente puro disponíveis no mercado nacional, sendo uma marca de procedência nacional e duas de procedência importada, com seus respectivos componentes protéticos (abutment). Todos os implantes possuem a mesma geometria, isto é, com conexão externa, plataforma regular de 4,1 mm, com diâmetro de 3,75 x 15,00 mm de comprimento (Tabela 1 e Figuras 1, 2 e 3).

Tabela 1 - Materiais utilizados e respectivos fabricantes

| <b>Material</b>                                                 | <b>Fabricante</b>                                    |
|-----------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|
| Implante hexágono externo superfície lisa – Titamax Liso®       | Neodent - Curitiba, Brasil                           |
| Implante hexágono externo superfície tratada – Titamax Poros®   | Neodent - Curitiba, Brasil                           |
| Implante hexágono externo superfície lisa – MK III Ti®          | Nobel Biocare AB – Göteborg, Sweden                  |
| Implante hexágono externo superfície tratada – MK III Ti Unite® | Nobel Biocare AB – Göteborg, Sweden                  |
| Implante hexágono externo superfície lisa – ICE®                | 3i Implant Innovations Inc – Palm Beach Gardens, USA |
| Implante hexágono externo superfície tratada – Osseotite®       | 3i Implant Innovations Inc – Palm Beach Gardens, USA |
| Munhão personalizado para preparo em Titânio                    | Neodent – Curitiba, Brasil                           |
| Parafuso sextavado em Titânio                                   | Neodent – Curitiba, Brasil                           |
| Munhão em Titânio                                               | Nobel Biocare AB – Göteborg, Sweden                  |
| Parafuso em Titânio                                             | Nobel Biocare AB – Göteborg, Sweden                  |
| Munhão em Titânio                                               | 3i Implant Innovations Inc – Palm Beach Gardens, USA |
| Parafuso em Titânio                                             | 3i Implant Innovations Inc – Palm Beach Gardens, USA |



FIGURA 1 – Implante 3i (3i Implant Innovations Inc – Palm Beach, USA).



FIGURA 2 – Implantes Nobel (Nobel Biocare AB – Göteborg, Sweden).



FIGURA 3 - Implantes Neodent (Neodent – Curitiba, Brasil).

## MÉTODO

Imediatamente após a abertura dos implantes de suas embalagens, os conjuntos implante/componente protético foram montados de acordo com as instruções dos respectivos fabricantes.

Para atingir os torques recomendados pelos fabricantes (32 N), na montagem dos conjuntos, foi utilizado um torquímetro manual protético (NEODENT – Curitiba, Brasil) de força controlada.



FIGURA 4 – Torquímetro protético (NEODENT – Curitiba, Brasil).



FIGURA 5 – Conjuntos implante/componente protético montados.

De acordo com o preconizado por Siirilä, Könönen (1991) foi idealizado um modelo que simulasse as condições clínicas de utilização dos íons fluoretos. Os conjuntos foram testados simulando uma média de exposição aos íons fluoretos por período de uso de 5 anos no ambiente bucal, sendo então, comparados com grupos denominados controle, isto é, sem a ação de íons fluoretos. Os conjuntos foram separados em grupos de acordo com o pH da solução fluoretada e com o tipo de superfície do implante, sendo o grupo A (controle) imerso em água destilada, o grupo B (teste) imerso em solução fluoretada a 1500 ppm com pH de 5,3 e o grupo C (teste) imerso em solução fluoretada a 1500 ppm com pH de 7,4, conforme mostra a Tabela 2. O tipo de superfície do implante foi identificado com as letras L (superfície lisa) e T (superfície tratada).



Tabela 2 – Distribuição dos grupos

|                      | <b><u>Neodent</u></b>               |                     |                     |           |
|----------------------|-------------------------------------|---------------------|---------------------|-----------|
|                      | Grupo A<br>(controle)               | Grupo B<br>(pH 5,3) | Grupo C<br>(pH 7,4) | Total     |
| Implante Liso (L)    | 10                                  | 10                  | 10                  | 30        |
| Implante Tratado (T) | 10                                  | 10                  | 10                  | 30        |
| Total                | 20                                  | 20                  | 20                  | <b>60</b> |
|                      | <b><u>Nobel Biocare</u></b>         |                     |                     |           |
|                      | Grupo A<br>(controle)               | Grupo B<br>(pH 5,3) | Grupo C<br>(pH 7,4) | Total     |
| Implante Liso (L)    | 10                                  | 10                  | 10                  | 30        |
| Implante Tratado (T) | 10                                  | 10                  | 10                  | 30        |
| Total                | 20                                  | 20                  | 20                  | <b>60</b> |
|                      | <b><u>3i Implant Innovation</u></b> |                     |                     |           |
|                      | Grupo A<br>(controle)               | Grupo B<br>(pH 5,3) | Grupo C<br>(pH 7,4) | Total     |
| Implante Liso (L)    | 10                                  | 10                  | 10                  | 30        |
| Implante Tratado (T) | 10                                  | 10                  | 10                  | 30        |
| Total                | 20                                  | 20                  | 20                  | <b>60</b> |

Nos grupos teste, os conjuntos foram estaticamente submersos em um meio fluoretado durante 184 horas (7,5 dias), simulando um contato com os íons fluoretos por um período de 5 anos, isto é, 21 vezes por semana,

com uma média de 2 minutos cada vez (estimativa de media de escovação com um dentífrício contendo flúor 3 vezes ao dia). A solução foi trocada a cada 12 horas e os conjuntos submersos lavados com água corrente durante um intervalo de 30 segundos, antes de serem submersos novamente na solução repostas.

Nos grupos controle, repetiu-se o mesmo procedimento com os conjuntos em água destilada.



FIGURA 6 – Implantes submersos em solução.

### ***Ensaio de Dureza***

A dureza mede a resistência de um material à penetração, indicando qual é a resistência do material a ser riscado ou abrasionado. O teste de dureza mais usado é o de penetração estática, no qual uma esfera, cone de diamante ou pirâmide é forçada contra a superfície de um material testado. A relação de força e a área da profundidade de penetração dão a medida de dureza. Deste tipo são os testes de Rockwell, Brinel, Knoop e Vickers os mais utilizados (Whan, 1992).

No presente trabalho foi utilizado o método de dureza Vickers. Nesse ensaio o penetrador é uma pirâmide de base quadrada, que sob ação

de uma carga entra em contato com a superfície da amostra a se ensaiar, deixando a impressão da pirâmide. Em seguida medem-se as diagonais da da base da pirâmide com aparelhos de alta precisão, munidos de microscópio.

O local de escolha para a medida da dureza dos conjuntos foi na base do implante em três pontos distintos. As medidas foram tomadas em 2 momentos, antes e após a exposição aos íons fluoretos. Todas as medidas de dureza neste trabalho foram realizadas em um Durômetro Micromet Buehler modelo 1600-6300 dotado de diamante Vickers, a carga foi de 500gf por 30s (Figuras 7 e 8).



FIGURA 7 – Durômetro Buehler modelo 1600-6300.



FIGURA 8 – Ensaio de dureza na base do implante.

### ***Ensaio de Compressão***

A determinação das propriedades mecânicas de um material metálico é realizada por meio de vários ensaios. Geralmente esses ensaios são destrutivos, pois promovem a ruptura ou inutilização do material. De uma maneira geral, os ensaios de compressão são utilizados para determinar as propriedades mecânicas dos materiais.

O ensaio de compressão foi realizado num modelo que reflete a configuração atualmente utilizada para testar, *in vitro*, o conjunto implante/componente (Merz et al., 2000), no qual este se encontra angulado e o componente é recoberto por uma esfera de metal com a finalidade de simular a coroa protética, como mostra a Figura 9.

Os ensaios de compressão foram realizados no equipamento de ensaios mecânicos MTS 810 (Material Test System – Éden Prairie, MN, USA) e a análise dos dados realizados em programa de computador especializado, denominado *Test Works* do sistema *Test Star II*.

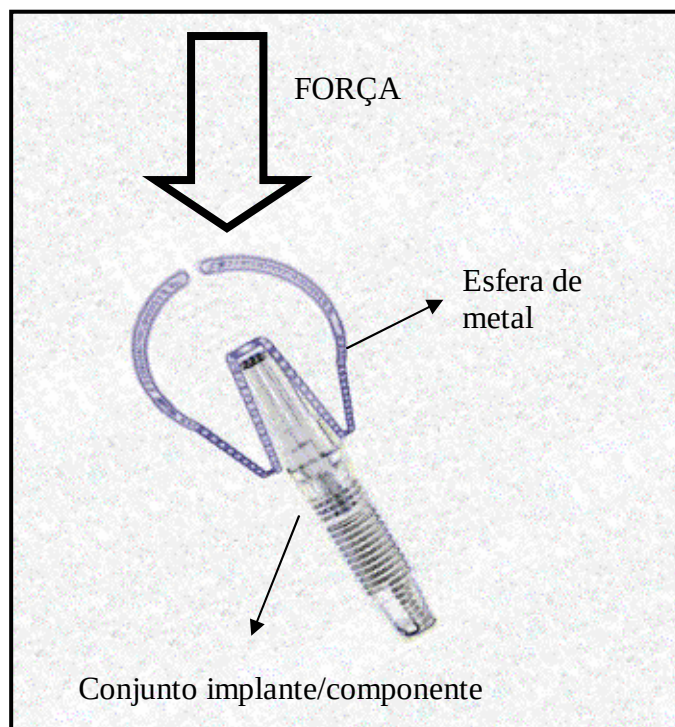


FIGURA 9 - Esquema representativo utilizado para os ensaios mecânicos (Merz et al., 2000).

O posicionamento dos corpos-de-prova na máquina de ensaios mecânicos com a configuração desejada foi obtido com o auxílio de um dispositivo, confeccionado especialmente para esse fim (Figura 10). O dispositivo foi fixado ao mordente inferior do aparelho, em um plano inclinado a 30° em relação ao plano horizontal, sobre o qual foi parafusada a garra que fixa por pressão o corpo-de-prova, sendo este colocado na respectiva canaleta (Figura 11), de forma que ficaram fora do suporte da garra seis roscas do implante, simulando assim uma situação clínica sumamente desfavorável de perda de suporte ósseo.



FIGURA 10 - Angulação de 30° do dispositivo.



FIGURA 11 - Detalhe da colocação do implante no dispositivo.

### ***Ensaio de Fadiga***

O processo de fadiga resulta do desenvolvimento progressivo de uma trinca sob a influência de aplicações repetidas de tensões, que são consideravelmente inferiores à tensão capaz de provocar fratura sob carga monotonicamente crescente ou mesmo com valores nominais inferiores ao limite de escoamento.

Geralmente os processos de fadiga podem ser divididos em três estágios distintos (Kerlins, Phillips, 1992):

Estágio 1 – Corresponde à nucleação da trinca por deformação plástica localizada e seu crescimento inicial, ao longo de planos de escorregamento, sob a influência de tensões de cisalhamento. Este estágio não é visível a olho nu na superfície da fratura. Pode corresponder de 0% a 90% do número total de ciclos que o componente pode suportar antes de fraturar. A presença de entalhes e altas tensões localizadas reduzem a duração deste estágio.

Estágio 2 – Corresponde ao crescimento da trinca num plano perpendicular à direção da tensão principal de tração. A fratura neste estágio é a mais característica do processo de fadiga, é sempre visível a olho nu e pode corresponder à maior parte da área da superfície fraturada, ainda que não corresponda necessariamente à maior parte do número de ciclos total suportado pela peça.

Estágio 3 – Corresponde à fratura brusca final quando ocorre o último ciclo de tensões quando a trinca desenvolvida progressivamente atinge o tamanho crítico para propagação instável, desta forma, a área da fratura desenvolvida progressivamente depende das tensões aplicadas e da tenacidade do material. Em princípio é possível que o material se deforme antes da ruptura final, mas normalmente as fraturas por fadiga são macroscopicamente frágeis, isto é, não apresentam deformação permanente macroscópica.

Os ensaios de fadiga foram realizados em todos os conjuntos dos grupos A, B e C, sendo executados na mesma máquina de ensaios mecânicos

e dispositivos dos ensaios de compressão. Os ensaios foram realizados com o auxílio de um gerador de função, na forma de onda senóide, fixando-se número de ciclos em 100.000, frequência em 15 Hz e a carga em 60% da carga máxima, estimando o uso em cavidade bucal por 5 anos (Morgan et al., 1993).

### ***Microscopia Eletrônica de Varredura***

A microscopia eletrônica de varredura é de fundamental importância para se estudar a fractografia e para avaliar a ação dos íons fluoretos na superfície dos implantes dentais. A importância da análise da fratura reside no fato de permitir a caracterização da causa das falhas. Logo, seu objetivo é conhecer porque um determinado material falhou e estudar os efeitos desse fenômeno. Em geral o problema de fraturas está ligado às tensões e deformações aplicadas sobre o material, quando as mesmas excedem a capacidade de carga que o elemento suporta (Czyryca, 1992).

Um conjunto implante/componente de cada grupo é avaliado antes e após a exposição à solução fluoretada para verificar a ação corrosiva dos íons fluoretos. Após o ensaio de ciclagem mecânica, os mesmos conjuntos são novamente avaliados em MEV para verificar se a fadiga dos conjuntos levou à alguma alteração estrutural, com conseqüente propagação de trincas ou fendas.

No presente trabalho, a análise da superfície é realizada com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura JEOL-JSM, modelo T-330 A, (JEOL-Japão) acoplado a um analisador dispersivo de energia e uma câmara fotográfica.



### **Análise Espectrométrica de Energia Dispersa (EDS)**

A análise espectrométrica de energia dispersa de raios-X foi utilizada para determinar a composição química (semi-quantitativa) dos implantes expostos aos íons fluoretos assim como aos não expostos, tomando-se as medidas entre as roscas dos implantes.

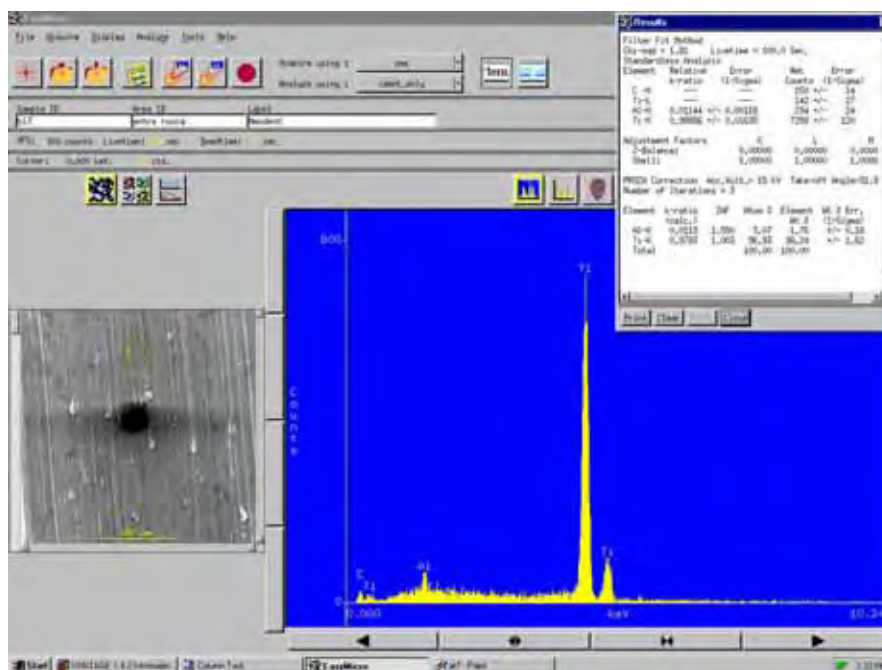


FIGURA 12 –Análise espectrométrica de energia dispersa por raios-X.

### **Metodologia Estatística**

O planejamento experimental deste estudo foi definido com o objetivo de comparar os diferentes grupos de ensaios de dureza, tanto antes como depois da aplicação de fluoretos, aos valores médios de dureza Vickers. Os dados preencheram os requisitos necessários para aplicação dos testes estatísticos sendo que apresentaram um coeficiente de variação menor a 10%.

Para comparação entre amostras da mesma marca comercial, está sendo aplicado o teste estatístico de WILCOXON, para comparação de duas amostras dependentes (pareadas), sem uma distribuição normal (dados

não paramétricos). O fator a ser comparado é a influência dos íons fluoretos (positiva/negativa) na superfície dos implantes dentais.

Para comparações entre as diferentes marcas de implantes, está sendo utilizado o teste de Kruskal-Wallis, também um teste não paramétrico, porém para amostras independentes (não pareadas).

O critério para rejeição ou não da hipótese nula ( $H_0$ ) foi definido ao nível de significância de 5% ( $\alpha = 0,05$ ), de forma que se o valor da probabilidade ( $p$ ) encontrado fosse menor que 0,05 ( $p < 0,05$ ), a hipótese nula seria rejeitada, optando-se pela hipótese alternativa ( $H_1$ ) de que o efeito promovido pela aplicação de fluoretos é diferente.

## **RESULTADO E DISCUSSÃO**

### **DUREZA VICKERS**

A dureza que pode ser definida como resistência à deformação permanente é uma importante propriedade mecânica para caracterização e estudos de biomateriais a base de titânio. A variação dos valores de dureza em geral do titânio podem ir de 150 HV até 330 HV, dependendo do grau do Titânio, sua pureza e outros elementos químicos utilizados em ligas (Whan, 1992).

É importante salientar que a microestrutura e a composição química são fatores que podem influir na mensuração da dureza do titânio, tanto quanto a ação de tratamentos térmicos, a corrosão e o estresse por fadiga (Gil et al., 2007).

A microestrutura do Ti cp pode apresentar-se na forma alfa, alfa+beta ou beta de estabilizante dependendo do tipo de processamento e de sua composição química, pois elementos intersticiais como o oxigênio, nitrogênio e o carbono podem promover mudanças significativas na dureza, bem como em outras propriedades mecânicas.

Em relatos recentes, pesquisadores estudaram a influência do tratamento térmico na fadiga do titânio utilizado como implantes dentários sob a ação de saliva artificial e ar. Verificaram em relação à dureza que de acordo com o tipo de tratamento, caracterizado por uma mudança microestrutural, havia uma diferença estatisticamente significativa nos valores da dureza (Gil et al., 2007).

No presente trabalho os valores de dureza dos implantes estão representados em HV (Dureza Vickers) em gráficos, demonstrando os resultados antes e após a imersão de soluções controle (A) e fluoretada (B, C), e suas respectivas superfícies lisa (L) e tratada (T).

O Gráfico 1 mostra os valores de dureza dos grupos AL e AT antes e após imersão em água destilada, e os grupos BL, BT, CL e CT antes e após à exposição da solução fluoretada (Marca Comercial – 3i Implant Innovations – Palm Beach/USA).

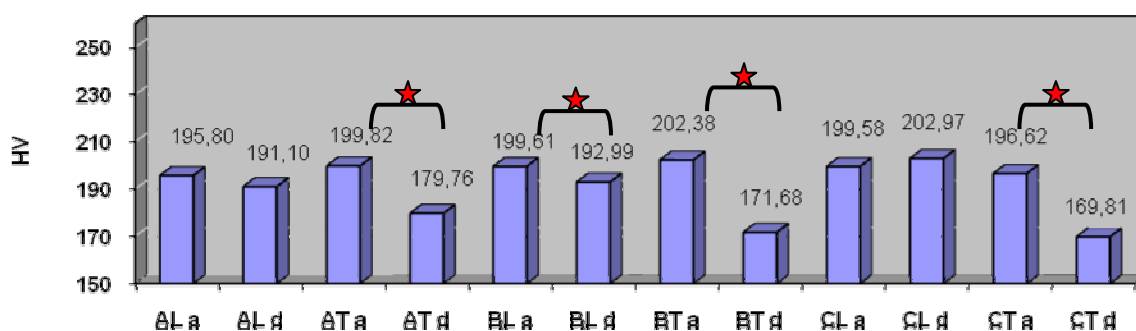


GRÁFICO 1 – 3i®: valores médios de Dureza (HV) dos implantes após exposição às soluções controle e testes. **a**- antes da imersão na solução. **d**- após a imersão na solução. \* - Estatisticamente significativa.

Somente nos grupos AL ( $p=0,0679$ ) e CL ( $p=0,1763$ ) não houve diferenças, porém nos grupos AT ( $p=0,0180$ ), BL ( $p=0,0425$ ), BT ( $p=0,0180$ ) e CT ( $p=0,0180$ ) as diferenças entre os valores de dureza foram estatisticamente significantes. A pronunciada diferença existente nos grupos com superfície tratada se deve, provavelmente, à dissolução e ou reação dos produtos provenientes dos tratamentos superficiais, que sob a ação dos íons fluoretos e da fadiga devem ficar mais suscetíveis à deformação permanente, conseqüentemente, diminuindo os valores da dureza Vickers. Já nos grupos BL a diferença significativa nos valores da dureza, pode ser atribuída à influência

do pH, que é ácido, que sob a ação da fadiga, pode ter promovido pequenas mudanças microestruturais.

O Gráfico 2 mostra os valores de dureza dos grupos AL e AT antes e após imersão em água destilada, e os grupos BL, BT, CL e CT antes e após à exposição da solução fluoretada (Marca Comercial – Neodent – Curitiba/Brasil).

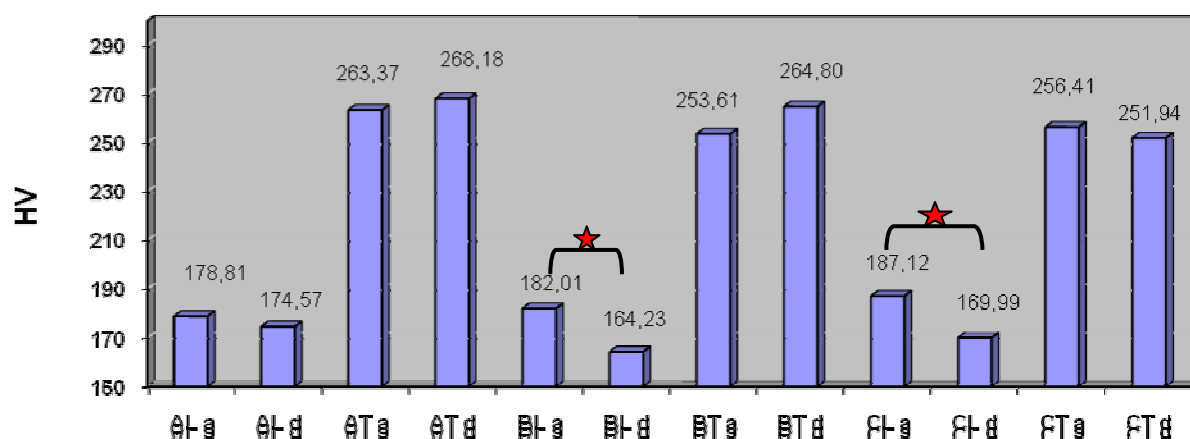


GRÁFICO 2 – Neodent®: valores médios de Dureza (VH) dos implantes após exposição às soluções controle e testes. a- antes da imersão na solução. d- após a imersão na solução. . \*- Estatisticamente significante.

Não houve diferenças estatisticamente significativas entre os grupos AL ( $p=0,1763$ ), AT ( $p=0,8658$ ), BT ( $p=0,3105$ ) e CT ( $p=0,6121$ ). Porém nos grupos BL ( $p=0,0180$ ) e CL ( $p=0,0180$ ) houve diferenças estatisticamente significativas (WILCONXON,  $p<0,05$ ). Nessa marca comercial, os implantes com superfície tratada não sofreram influência da fadiga e nem da ação dos íons fluoretos, nas condições estudadas, devido, provavelmente, à formação de óxidos complexos de titânio (Abellán et al., 2007; Azumi, Seo, 2001), com uma camada espessa superior aos implantes com superfície lisa, sendo mais resistentes e, conseqüentemente, aumentando a rigidez e a dureza.

O Gráfico 3 mostra os valores de dureza do grupo AL antes e após imersão em água destilada, e dos grupos BL e CL antes e após à exposição da solução fluoretada (Marca Comercial – Nobel Biocare AB – Göteborg, Sweden). Não foi possível avaliar os valores de dureza dos implantes dos grupos de superfície tratada (MK III Ti Unite® - Nobel Biocare) devido à espessura da camada de óxido de titânio na região apical do implante, ocasionada pelo tratamento empregado pela Nobel, onde a camada de óxido é mais espessa na região apical do que na região cervical do implante. Esta camada impossibilita a visualização da marca impressa pelo diamante do durômetro.

Os valores de dureza das amostras tiveram uma redução estatisticamente significativa em seus valores nos grupos BL, BT e CT da marca 3i, e dos grupos BL e CL da marca Neodent, após exposição aos fluoretos. É interessante observar que os valores de dureza entre e intramarcas comerciais têm diferenças significantes entre os implantes de superfície lisa e tratada. Esta diferença pode ser atribuída a algum tratamento térmico que empresas podem aplicar sobre o titânio ou devido à diferença de lotes ou lingotes de titânio utilizados na produção dos implantes.

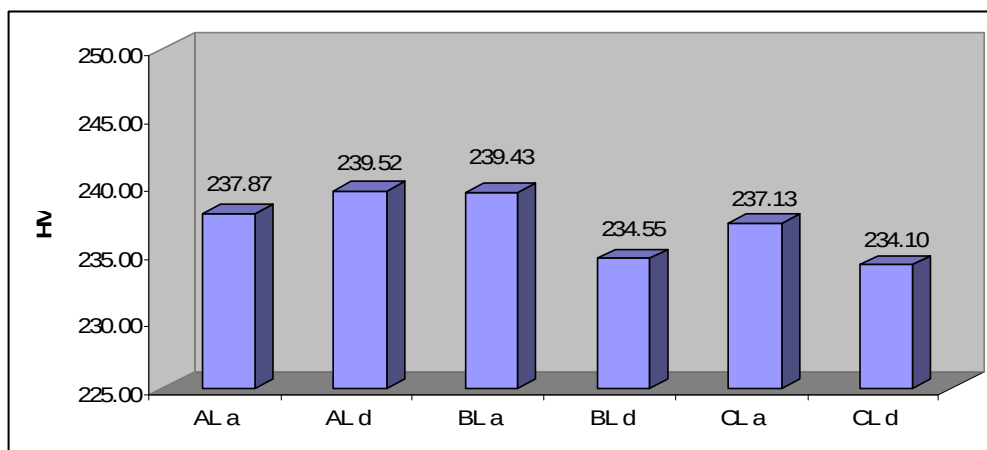


GRÁFICO 3 – Nobel®: valores médios de Dureza (VH) dos implantes após exposição às soluções controle e testes. **a**- antes da imersão na solução. **d**- após a imersão na solução.

Em nenhum grupo foi observada redução estatisticamente significativa da dureza (AL  $p=0,3454$ ; BL  $p=0,063$ ; CL  $p=0,3105$ ).

Apesar de haver diferenças significativas nos valores de dureza entre os implantes de mesma marca antes e após a aplicação dos fluoretos e também haver diferença entre marcas e tipos de superfície (lisa ou tratada), os valores encontrados estão dentro dos limites aceitos para o Titânio grau II (Whan, 1992; Yokohama et al., 2002).

## ENSAIO DE FADIGA

A importância do estudo da fadiga torna-se interessante quando é possível considerar que todo componente móvel e quando parte das estruturas estáticas estão submetidos a ciclos de tensão. Com efeito, a absoluta maioria das falhas ocorre em serviço são devidas à fadiga.

No presente trabalho utilizou-se a fadiga sob tensões de baixo ciclo, abaixo do limite de escoamento do biomaterial, testando a vida útil por

período de cinco anos, verificando também a ação de um meio corrosivo associado à fadiga.

Após a exposição das amostras às soluções fluoretadas, todos os conjuntos foram levados à máquina de ensaios mecânicos para realizar o teste de fadiga, com o propósito de investigar se os íons fluoretos poderiam alterar alguma propriedade mecânica dos implantes. De certa forma esse processo pode ser interpretado como uma corrosão sob tensão. Nesse processo o biomaterial está sujeito à ação de um meio agressivo e de tensões estáticas, residuais ou devidas a esforços externos, atuando em sua superfície.

Todas as amostras das três marcas comerciais suportaram o número estipulado de ciclos ( $10^5$ ) simulando 5 anos de uso na cavidade oral, independente da solução a qual foram expostos. Nenhum dos conjuntos apresentou afrouxamento do parafuso de união entre *abutment*/implante após a ciclagem mecânica.

As Tabelas 3, 4 e 5 mostram os resultados obtidos nos ensaios de ciclagem mecânica por compressão não axial dos implantes utilizados nesta pesquisa.







Tabela 5 – Implantes da marca comercial Nobel®

| <b>3i®</b>      |             |                 |             |                 |             |                 |             |                 |             |                 |             |
|-----------------|-------------|-----------------|-------------|-----------------|-------------|-----------------|-------------|-----------------|-------------|-----------------|-------------|
| GRU<br>PO<br>AL | CICL<br>OS  | GRU<br>PO<br>AT | CICL<br>OS  | GRU<br>PO<br>BL | CICL<br>OS  | GRU<br>PO<br>BT | CICL<br>OS  | GRU<br>PO<br>CL | CICL<br>OS  | GRU<br>PO<br>CT | CICL<br>OS  |
| <b>1</b>        | 100.<br>000 | <b>1</b>        | 100.<br>000 | <b>1</b>        | 100.<br>000 | <b>1</b>        | 100.<br>000 | <b>1</b>        | 100.<br>000 | <b>1</b>        | 100.<br>000 |
| <b>2</b>        | 100.<br>000 | <b>2</b>        | 100.<br>000 | <b>2</b>        | 100.<br>000 | <b>2</b>        | 100.<br>000 | <b>2</b>        | 100.<br>000 | <b>2</b>        | 100.<br>000 |
| <b>3</b>        | 100.<br>000 | <b>3</b>        | 100.<br>000 | <b>3</b>        | 100.<br>000 | <b>3</b>        | 100.<br>000 | <b>3</b>        | 100.<br>000 | <b>3</b>        | 100.<br>000 |
| <b>4</b>        | 100.<br>000 | <b>4</b>        | 100.<br>000 | <b>4</b>        | 100.<br>000 | <b>4</b>        | 100.<br>000 | <b>4</b>        | 100.<br>000 | <b>4</b>        | 100.<br>000 |
| <b>5</b>        | 100.<br>000 | <b>5</b>        | 100.<br>000 | <b>5</b>        | 100.<br>000 | <b>5</b>        | 100.<br>000 | <b>5</b>        | 100.<br>000 | <b>5</b>        | 100.<br>000 |
| <b>6</b>        | 100.<br>000 | <b>6</b>        | 100.<br>000 | <b>6</b>        | 100.<br>000 | <b>6</b>        | 100.<br>000 | <b>6</b>        | 100.<br>000 | <b>6</b>        | 100.<br>000 |
| <b>7</b>        | 100.<br>000 | <b>7</b>        | 100.<br>000 | <b>7</b>        | 100.<br>000 | <b>7</b>        | 100.<br>000 | <b>7</b>        | 100.<br>000 | <b>7</b>        | 100.<br>000 |

No presente trabalho verificou-se macroscopicamente a perda de brilho e manchas em todos os implantes lisos e tratados, bem como nos *abutments*. Fato apenas observado nos grupos expostos à solução fluoretada, sendo mais evidente no grupo exposto à solução fluoretada com pH 5,3 do que

do grupo com pH 7,4, que pode ser creditado ao processo de corrosão sob tensão.

Para a avaliação dos conjuntos implante/componente, assim como da estabilidade e resistência dos mesmos, estão sendo usados amplamente em pesquisa, nos últimos tempos, modelos nos quais se aplicam cargas excêntricas ao longo eixo dos implantes, seja em angulações maiores do que 15 graus ou mediante dispositivos que levam o momento de flexão para fora do eixo axial (Morgan et al., 1993; Norton, 2000; Perriard et al., 2002). Nesta pesquisa o modelo experimental adotado apresenta as características antes mencionadas, aceitas como efetivas na reprodução (com as limitações do caso) das condições clínicas menos favoráveis no ambiente bucal.

A configuração do dispositivo que recebeu os conjuntos foi montada em uma angulação de 30° em relação ao plano inferior, proporcionando deste modo uma inclinação desfavorável, porém dentro dos limites aceitos para próteses anguladas sobre implantes.

No sistema utilizado, conexão de hexágono externo, após os ciclos de fadiga, nenhuma amostra demonstrou afrouxamento ou fratura do parafuso de união do *abutment* com o implante, mesmo com uma inclinação desfavorável e com roscas expostas para fora do dispositivo, fato este devido ao torque realizado no parafuso de união.

O valor de 32 N utilizado para o torque do parafuso foi satisfatório para manter a estabilidade do conjunto, resultado também obtido por Cibirka et al. (2001) quando utilizaram componentes angulados (25°) e força de fadiga variável de 20 a 200 N.

Merz et al. (2000) utilizando análise de elemento finito demonstrou que neste sistema ocorre uma alta compressão no conjunto implante/componente com distribuição assimétrica de forças sobre a plataforma e roscas do implante, o que pode ocasionar afrouxamento do parafuso e até mesmo sua ruptura. Este fato não foi observado nas amostras desta pesquisa, mesmo utilizando uma inclinação de 30°, porém com força de fadiga (150 N) próxima daquela encontrada em situações fisiológicas.

## **CORROSÃO**

Macroscopicamente ocorreu nos implantes da marca 3i® perda de brilho e manchas em todos os implantes lisos e tratados, bem como nos abutments. Fato apenas observado nos grupos expostos à solução fluoretada, sendo mais evidente no grupo exposto à solução fluoretada com pH 5,4 do que do grupo com pH 7,3. Esta situação também foi observada nos implantes da marca Neodent® e Nobel®, ocorrendo perda de brilho e algumas manchas sobre as superfícies dos implantes, sendo mais evidente no grupo exposto à solução fluoretada mais ácida (Figura 13).



FIGURA 13 – Descoloração macroscópica.  
A - Implante antes da solução fluoretada. B – Implante após solução fluoretada.

Na análise de microscopia eletrônica de varredura a superfície dos implantes de titânio não submetidos à ação de íons fluoretos (grupo controle) mostraram características esperadas, como irregularidades decorrentes do tratamento da superfície dado pelo fabricante, ou ainda mostrando uma superfície lisa com algumas irregularidades decorrentes do processo de usinagem dos implantes (Figuras 14 - 16), sem indícios de corrosão.



FIGURA 14 – MEV do implante 3i superfície lisa – grupo controle.

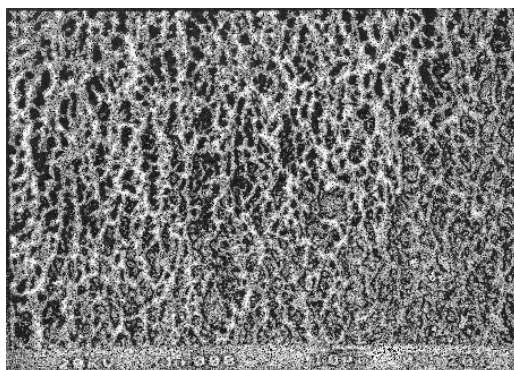


FIGURA 15 – MEV do implante Neodent superfície tratada – grupo controle.



FIGURA 16 – MEV do implante Nobel superfície lisa – grupo controle.

Entretanto nos grupos expostos á ação dos íons fluoretos, pode-se observar que tanto os implantes da Neodent quanto da 3i apresentaram alguns pontos escuros na superfície do Titânio, independente do pH da solução fluoretada e do tratamento superficial (Figuras 17 - 19).

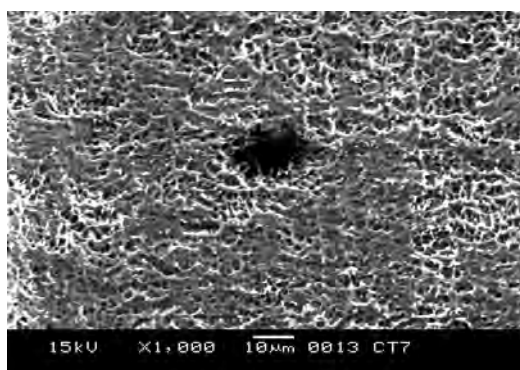


FIGURA 17 – MEV do implante Neodent superfície tratada após solução fluoretada.

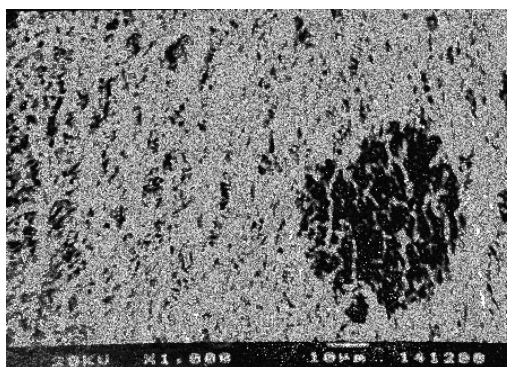


FIGURA 18 – MEV do implante 3i superfície tratada após solução fluoretada.

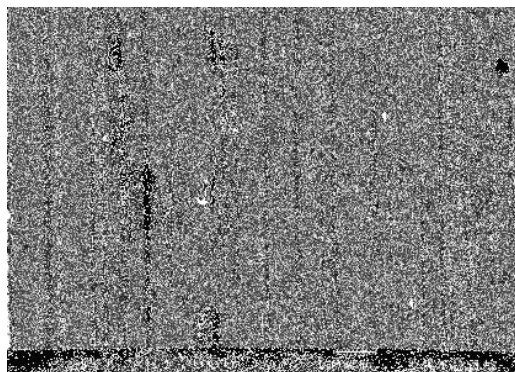


FIGURA 19 – MEV do implante Nobel superfície lisa após solução fluoretada.

Os resultados do EDS dos implantes, dos grupos controle, solução fluoretada pH 5,4 e solução fluoretada pH 7,3, onde é possível verificar a composição química dos mesmos, demonstraram a predominância, semi quantitativa, em aproximadamente 99% de titânio nas amostras da marca 3i, Nobel e Neodent. Em nenhum grupo foi observado a presença ou incorporação de íons fluoretos na superfície do Titânio (Figura 20).

| Results                                               |                  |                 |            |                 |                |
|-------------------------------------------------------|------------------|-----------------|------------|-----------------|----------------|
| Filter Fit Method                                     |                  |                 |            |                 |                |
| Chi-sqd = 5,03      Livetime = 100,0 Sec.             |                  |                 |            |                 |                |
| Standardless Analysis                                 |                  |                 |            |                 |                |
| Element                                               | Relative k-ratio | Error (1-Sigma) | Net Counts | Error (1-Sigma) |                |
| C -K                                                  | ---              | ---             | 430 +/-    | 29              |                |
| Ti-L                                                  | ---              | ---             | 726 +/-    | 57              |                |
| Al-K                                                  | 0,00055 +/-      | 0,00020         | 148 +/-    | 54              |                |
| Ti-K                                                  | 0,99945 +/-      | 0,00549         | 96798 +/-  | 532             |                |
| Adjustment Factors                                    |                  |                 |            |                 |                |
| Z-Balance:                                            |                  | K               | L          | M               |                |
| Shell:                                                |                  | 0,00000         | 0,00000    | 0,0000          |                |
|                                                       |                  | 1,00000         | 1,00000    | 1,0000          |                |
| PROZA Correction Acc.Volt.= 15 kV Take-off Angle=31,9 |                  |                 |            |                 |                |
| Number of Iterations = 3                              |                  |                 |            |                 |                |
| Element                                               | k-ratio (calc.)  | ZAF             | Atom %     | Element Wt %    | Err. (1-Sigma) |
| Al-K                                                  | 0,0006           | 1,559           | 0,15       | 0,09            | +/- 0,03       |
| Ti-K                                                  | 0,9990           | 1,000           | 99,85      | 99,91           | +/- 0,55       |
| Total                                                 |                  |                 | 100,00     | 100,00          |                |

FIGURA 20 – Resultado do EDS sobre as amostras.



A corrosão de um metal pode ser descrita como trocas eletroquímicas realizadas entre o metal e o ambiente em que ele se encontra. A resistência à corrosão é determinada pela estabilidade química do metal. Um dos metais mais resistentes à corrosão é o Titânio, devido a sua camada de óxido protetora.

A camada de óxido de titânio, altamente estável quimicamente e formada por vários óxidos, entre eles o  $\text{TiO}_2$ , é que confere ao titânio alta resistência à corrosão e estabilidade química no organismo (Aziz-Kerrzo et al., 2001; Huang, 2002). Mesmo em presença de ácidos minerais, como  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  e  $\text{HNO}_3$ , esta camada de 10-20 nm de espessura mantém sua estabilidade, com um índice de corrosão extremamente baixo nessas situações (Toumelin-Chemla et al., 1996, O' Brien, 1997).

Porém esta camada não consegue manter sua estabilidade frente a presença de Flúor. Os fluoretos são incorporados na camada de óxido, formando compostos de fluoreto óxido de titânio, fluoreto de titânio ou fluoreto sódio de titânio, desorganizando a estabilidade da camada de óxido e diminuindo suas propriedades protetoras (Toumelin-Chemla et al., 1996; Strietzel et al., 1998; Koike, Fujii, 2001; Huang, 2002; Reclaru, Meyer 1998; Kaneko et al., 2003). Em outras palavras, os íons fluoretos podem formar um complexo solúvel com os íons titânio derivados da camada de óxido. Sem a camada de óxido, o processo corrosivo atua sobre o titânio.

Diversos trabalhos demonstraram (Siirilä, Könönen, 1991; Könönen et al., 1995; Nakagawa et al., 1999; Takemoto et al., 2005) a ação efetiva dos fluoretos no processo corrosivo sobre o Titânio, porém neste modelo de estudo, utilizando solução fluoretada ( $\text{NaF}$ ) com uma concentração

de 1500 ppm, não foram encontradas evidências de corrosão nem alterações nas propriedades mecânicas dos implantes quando submetidos à fadiga. Esta concentração é utilizada em dentifrícios, géis e soluções fluoretadas atualmente comercializadas.

Neste estudo, a exposição a um meio fluoretado com solução de NaF à 1500 ppm foi realizada durante 184 horas, de acordo com Siirilä, Könönen (1991). Tomou-se como referência uma exposição aos fluoretos de 2 minutos diários, durante 5 anos, com uma frequência de uso de 3 vezes ao dia, sem levar em conta o flúor residual, que permanece na boca imediatamente após a escovação. Sabe-se que a concentração de fluoretos na saliva cai drasticamente após realizar a escovação com um dentifrício de 1.250 ppm durante 90 segundos; chegando a 29 ppm nos próximos 30 minutos e estabilizando a 7 ppm nas 24 horas seguintes (Campus et al., 2003).

Trabalhos encontrando diferenças na corrosão entre pH da solução e gel fluoretado foram demonstradas em diversas pesquisas, como Toumelin-Chemla et al. (1996); Nakagawa et al. (1999), porém nessa pesquisa, não foi observada nenhuma degradação da estrutura superficial por meio da microscopia eletrônica de varredura nos conjuntos implante/componente submetidos a soluções fluoretadas com diferentes pH. Apenas a descoloração macroscópica dos conjuntos submetidos às soluções fluoretadas é que pode ser notada, devido a mudanças na camada de óxido decorrentes de reações químicas, como incorporação de oxigênio, hidrogênio e flúor, entretanto em baixas concentrações, não favorecendo a degradação do biomaterial.

No trabalho de Reclaru, Meyer em 1998, somente quando o pH da solução fluoretada foi inferior a 3,5, o processo corrosivo foi observado por

MEV, o que está de acordo com esta pesquisa, onde o pH utilizado foi de 5,3 e 7,4. Fato este confirmado por Strietzel et al. (1998) que a corrosão por íons fluoretos é potencializada quando o pH da solução decresce.

Nessas situações onde o pH é extremamente baixo, são observadas nas amostras por meio de MEV, manchas e pontos escuros que também podem ser interpretadas como imperfeições na camada de óxido e são o local de iniciação de corrosão por *pit*, o qual é uma forma de corrosão principalmente observada em metais passivos como o titânio (Donachie Jr, 1987). Esta corrosão é caracterizada pela formação de fendas, dentro das quais não há repassivação da camada de óxido por inibição de oxigênio, havendo estabelecimento de um processo anódico.

Apesar de não terem sido observadas evidências de corrosão por meio da microscopia eletrônica de varredura, nem incorporação de flúor na superfície das amostras por meio do EDS, não se pode descartar o fato do processo corrosivo ter acontecido, pois como demonstrado por Huang em 2002, todas as amostras em Titânio sofreram corrosão quando a concentração de NaF foi maior do que 1.000 ppm.

Nakagawa et al. (1999) sugere que o ácido fluorídrico é o principal responsável pela destruição da camada de óxido de titânio e não os íons fluoretos. A princípio o NaF é decomposto em íons sódio e íons fluoretos na solução. O íon fluoreto é convertido parcialmente em HF dependendo do pH da solução, e a partir daí o HF passa a atacar o titânio. Provavelmente o pH da solução utilizada nesta pesquisa não foi tão ácido o suficiente para converter quantidades de íons fluoretos em HF, e assim atacar a camada de óxido de titânio.

Em uma situação in vivo, no ambiente bucal, outros fatores podem estar participando tanto para acelerar o processo de corrosão como também para retardar ou impedir o processo, como incorporação de íons hidrogênio na superfície do Titânio (Kaneko et al., 2003) e deposição de albumina (Takemoto et al., 2005).

## **FRACTOGRAFIA**

O comportamento mecânico dos implantes, independente da marca comercial, do pH da solução fluoretada ou do tratamento superficial, não sofreu qualquer diminuição da resistência à fadiga, em comparação ao grupo controle, como já foi reportado anteriormente (Tabelas 3, 4 e 5). A análise por MEV não mostrou qualquer indício de fratura ou de propagação de fendas.

Por meio da microscopia eletrônica de varredura não foi observado nenhum indício de fratura nos implantes após os ciclos de fadiga, independente da exposição aos fluoretos ou do pH da solução. A principal causa de uma ruptura de um implante é a aplicação de uma força além do limite elástico do titânio ou por forças inferiores a este limite por repetidas vezes. O titânio pode até suportar forças acima de 1.000 N, entretanto no ambiente bucal valores desta magnitude são difíceis de serem alcançados, sendo a principal causa de fratura a falha em serviço devido à fadiga, que são movimentos repetitivos de baixa intensidade.

Trabalhos que demonstraram fraturas em parafusos ou em implantes osseointegrados e sob função na cavidade oral (Morgan et al., 1993; Nergiz et al., 2004; Gibney, 2004) podem ter outros fatores envolvidos que possam levar a fratura do sistema, como por exemplo, a absorção de hidrogênio na superfície do titânio no ambiente oral (Yokohama et al., 2002).

Como parte complementar, após os ensaios de fadiga foram feitos os ensaios de compressão dos conjuntos até a fratura, para verificar o tipo de fratura e a possível interação entre o meio agressivo.

A análise dos conjuntos fraturados, mais precisamente no parafuso do implante, foi feita por microscopia eletrônica de varredura e estão ilustrados abaixo (Figuras 21 – 29).

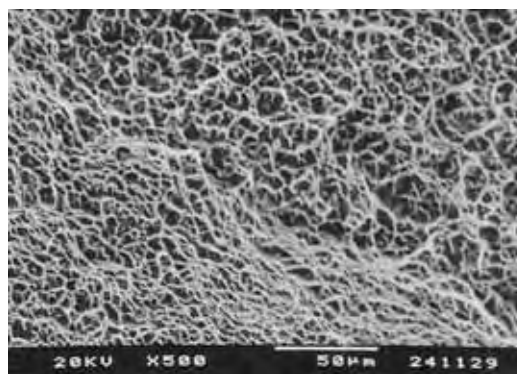


FIGURA 21 – MEV da fratura do implante Neodent controle, superfície mostrando a presença de dimples, característico de fratura dúctil.

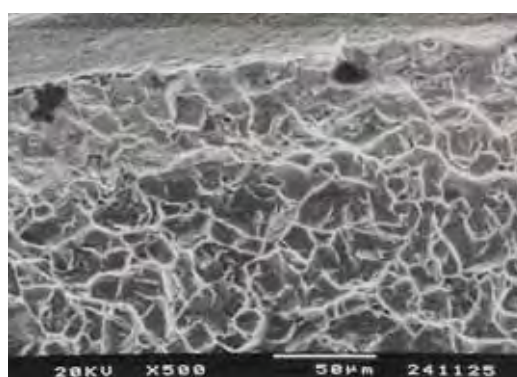


FIGURA 22 – MEV da fratura do implante Neodent, pH 7,4, superfície mostrando a presença de dimples, com pequenas regiões escuras.

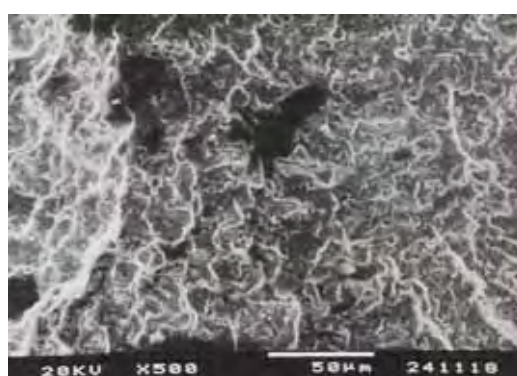


FIGURA 23 – MEV da fratura do implante Neodent, pH 5,3, superfície mostrando a presença de dimples, com pronunciadas regiões escuras.

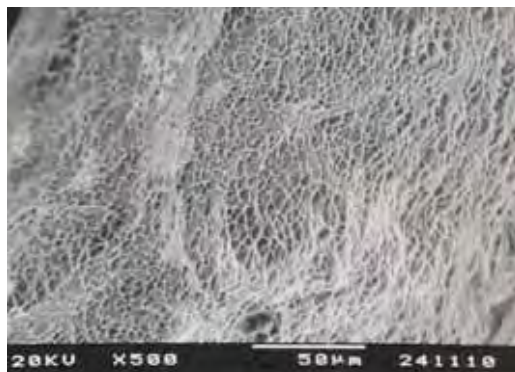


FIGURA 24 – MEV da fratura do implante 3i controle, superfície mostrando a presença de dimples, característico de fratura dúctil.

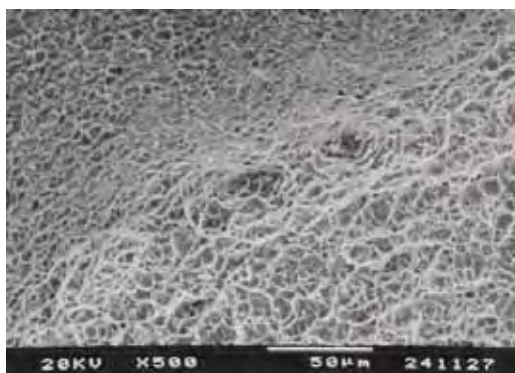


FIGURA 25 – MEV da fratura do implante 3i, pH 7,4, superfície mostrando a presença de dimples, com pequenas regiões escuras.

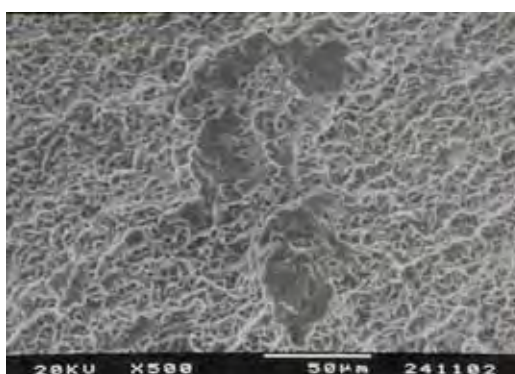


FIGURA 26 – MEV da fratura do implante 3i, pH 5,3, superfície mostrando a presença de dimples, com pronunciadas regiões escuras.

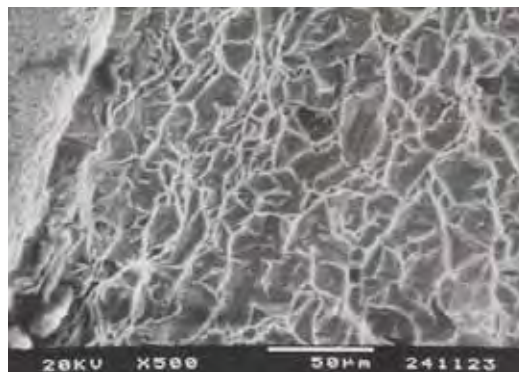


FIGURA 27 – MEV da fratura do implante Nobel controle, superfície mostrando a presença de dimples, característico de fratura dúctil.

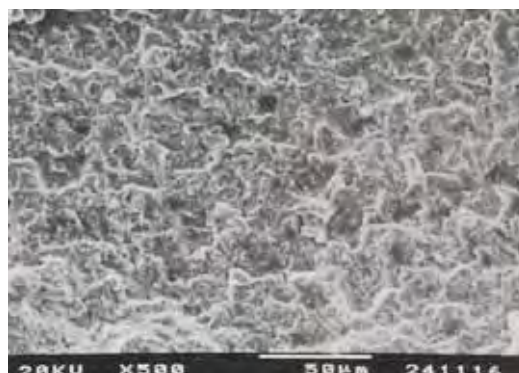


FIGURA 28 – MEV da fratura do implante Nobel, pH 7,4, superfície mostrando a presença de dimples, com pequenas regiões escuras.

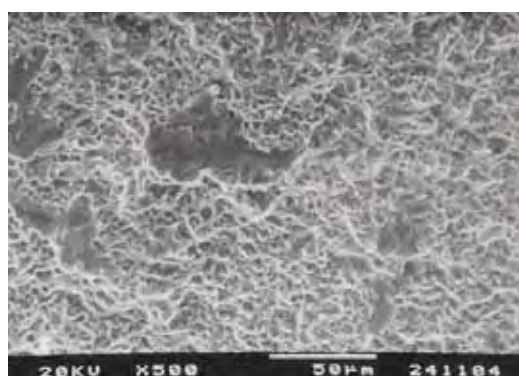


FIGURA 29 – MEV da fratura do implante Nobel, pH 5,3, superfície mostrando a presença de dimples, com pronunciadas regiões escuras.



No Ti cp, dependendo da forma de processamento predomina a fratura dúctil que ocorre com uma apreciável deformação permanente macroscópica, com características próprias, formando uma região estrita com a presença de *dimples*.

De uma forma geral para todas as condições e marcas comerciais estudadas, predominou a fratura dúctil, sendo que nos conjuntos submetidos à ação de íons fluoretos evidenciaram marcas de corrosão, principalmente nos grupos submetidos à solução fluoretada com pH 5,4. Este fato é indicativo de um início de uma corrosão sob tensão.

## **CONCLUSÃO**

Como conclusões da pesquisa pode-se afirmar que:

1 - houve redução da dureza após o tratamento com soluções fluoretadas nos implantes 3i, Nobel e Neodent, independente do tratamento superficial, entretanto mantendo-se dentro dos limites aceitos para o material;

2 - não houve alteração significativa na resistência à corrosão, das três marcas comerciais utilizadas, pela ação das soluções fluoretadas utilizadas, avaliada por MEV e EDS;

3 - todos os implantes analisados apresentaram resistência aos testes de fadiga e compressão, não havendo trincas ou fraturas detectáveis à MEV e MO;

4 - embora as soluções fluoretadas não fossem efetivas no processo corrosivo do titânio, é de bom senso evitar a aplicação de soluções e géis fluoretados em implantes e estruturas à base de Ti c.p. expostos na cavidade bucal.

## REFERÊNCIAS\*

Abellán EP, Souza LR, Müller WD, Guastaldi AC. Electrochemical stability of anodic titanium oxide films grow at potentials higher than 3V in a simulated physiological solution. *Corrosion Science*. 2007; 49: 1645-55.

Aziz-Kerrzo M, Conroy RG, Fenelon AM, Farrell ST, Breslin CB. Electrochemical studies on the stability and corrosion resistance of titanium-based implant materials. *Biomaterials*. 2001; 22: 1531-9.

Azumi K, Seo M. Changes in electrochemical properties of the anodic oxide films formed on titanium during potential sweep. *Corrosion Science*. 2001; 43: 533-46.

Barjj A, editor. Titanium. In: James WJ, Straumanis ME. *Encyclopedia of electrochemistry of the elements*. New York: Marcel Dekker; 1976. v. 5, p. 305-95.

Campus G, Lallai MR, Carboni R. Fluoride concentration in saliva after use of oral hygiene products. *Caries Res*. 2003; 37: 66-70.

Cibirka RM, Nelson SK, Lang BR, Rueggeberg FA. Examination of the implant-abutment interface after fatigue testing. *J Prosthet Dent*. 2001; 85: 268-75.

---

\* De acordo com o estilo Vancouver. Disponível em:  
[http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

Czyryka EJ. Fatigue crack initiation. In: Newby JR, editor. Mechanical testing. Metals Park: ASM International; 1992. p. 361-436. [ASM Handbook, v. 8].

Donachie Jr MJ, editor. Introduction. In: Donachie Jr MJ. Titanium: a technical guide. Metals Park : ASM international; 1987. p. 9-19.

Fathi MH, Salehi M, Saatchi A, Mortazavi V, Moosavi SB. In vitro corrosion behavior of bioceramic, metallic and bioceramic-metallic coated stainless steel dental implants. Dent Mater. 2003; 19: 188-98.

Gibney K. Fracture of the body of an implant and its management--a case history. Br Dent J. 2004; 197: 615-7.

Gil FJ, Planell JA, Padrós A, Aparicio C. The effect of shot blasting and heat treatment on the fatigue behavior of titanium for dental implant applications. Dent Mater. 2007; 23: 486-91.

Hoyer SA, Stanford CM, Buranadham S, Fridrich T, Wagner J, Gratton D. Dynamic fatigue properties of the dental implant-abutment interface: joint opening in wide-diameter versus standard-diameter hex-type implants. J Prosthet Dent. 2001; 85: 599-607.

Huang HH. Effects of fluoride concentration and elastic tensile strain on the corrosion resistance of commercially pure titanium. Biomaterials. 2002; 23: 59-63.

Kaneko K, Yokoyama K, Moriyama K, Asaoka K, Sakai J, Nagumo M. Delayed fracture of beta titanium orthodontic wire in fluoride aqueous solutions. *Biomaterials*. 2003; 24: 2113-120.

Kasemo B, Lausmaa J. Biomaterial and Implant Surfaces: A surface Science Approach. *Int J Maxillofac Implants*. 1988; 3: 247-59.

Kerlins V, Phillips A. Models of fracture. In: Kerlins V, Phillips A. *Fractography*. Metals Park: ASM International; 1992. p. 12-71. [ASM Handbook, v. 12].

Khraisat A, Stegaroiu R, Nomura S, Miyakawa O. Fatigue resistance of two implant/abutment joint designs. *J Prosthet Dent*. 2002; 88: 604-10.

Koike M, Fujii H. The corrosion resistance of pure titanium in organic acids. *Biomaterials*. 2001; 22: 2931-6.

Könönen MH, Lavonius ET, Kivilahti JK. SEM observations on stress corrosion cracking of commercially pure titanium in a topical fluoride solution. *Dent Mater*. 1995; 11: 269-72.

Lindquist LW, Carlsson GE. Long-term effects on chewing with mandibular fixed prostheses on osseointegrated implants. *Acta Odontol Scand*. 1985; 43: 39-45.

Massaro C, Rotolo P, De Riccardis F, Milella E, Napoli A, Wieland M, Textor M, et al. Comparative investigation of the surface properties of commercial titanium

dental implants. Part I: chemical composition. J Mater Sci Mater Med. 2002; 13: 535-48.

Mericske-Stern R, Zarb GA. In vivo measurements of some functional aspects with mandibular fixed prostheses supported by implants. Clin Oral Implants Res. 1996; 7: 153-61.

Merz BR, Hunenbart S, Belser UC. Mechanics of the implant-abutment connection: an 8 degree taper compared to a butt joint connection. Int J Oral Maxillofac Implants. 2000; 15: 519-26.

Morgan TD, Wilson M. The effects of surface roughness and type of denture acrylic on biofilm formation by *Streptococcus oralis* in a constant depth film fermentor. J Appl Microbiol. 2001; 91: 47-53.

Morgan MJ, James DF, Pilliar RM. Fractures of the fixture component of an osseointegrated implant. Int J Oral Maxillofac Implants. 1993; 8: 409-14.

Nakagawa M, Matsuya S, Shiraishi T, Ohta M. Effect of fluoride concentration and pH on corrosion behavior of titanium for dental use. J Dent Res. 1999; 78: 1568-72.

Nergiz I, Schmager P, Shahin R. Removal of a fractured implant abutment screw: a clinical report. J Prosthet Dent. 2004; 91: 513-7.

Norton MR. An *in vitro* evaluation of the strength of a 1-piece and 2-piece conical abutment joint in implant design. Clin Oral Implants Res. 2000; 11: 458-64.

O'brien WJ. Materials used in implantology. In: O'Brien WJ. Dental materials and their selection. 2nd ed. Chicago: Quintessence Publishing, 1997. cap. 23, p. 320-4.

Perriard J, Wiskott WA, Mellal A, Scherrer SS, Botsis J, Belser UC. Fatigue resistance of ITI implant-abutment connectors – a comparison of the standard cone with a novel internally keyed design. Clin Oral Implants Res. 2002; 13: 542-9.

Reclaru L, Meyer JM. Effects of fluoride on titanium and other dental alloys in dentistry. Biomaterials. 1998; 19: 85-92.

Rimondini L, Fare S, Brambilla E, Felloni A, Consonni C, Brossa F., et al. The effect of surface roughness on early *in vivo* plaque colonization on titanium. J. Periodontol. 1997; 68, n. 6, p. 556-562.

Scarano A, Piattelli M, Caputi S, Favero GA, Piattelli A. Bacterial adhesion on commercially pure titanium and zirconium oxide disks: an *in vivo* human study. J Periodontol. 2004; 75: 292-6.

Schutz RW, Thomas DE. Corrosion of titanium and titanium alloys. In: Schutz RW, Thomas DE. Corrosion. Metals Park: ASM International; 1989. p. 669-706. [ASM Handbook, v. 13].

Siirilä HS, Könönen M. The effect of oral topical fluorides on the surface of commercially pure titanium. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 1991; 6: 50-4.

Steinemann SG. Titanium – the material of choice? *Periodontol 2000*. 1998; 17: 7-21.

Stookey GK. Critical evaluation of the composition and use of topical fluorides. *J Dent Res*. 1990; 69: 805-12.

Strietzel R, Hösch A, Kalbfleisch H, Buch D. In vitro corrosion of titanium. *Biomaterials*. 1998; 19: 1495-9.

Toumelin-Chemla F, Rouellet F, Burdairon G. Corrosive properties of fluoride containing odontologic gels against titanium. *J Dent*. 1996; 24: 109-15.

Takemoto S, Hattori M, Yoshinari M, Kawada E, Oda Y. Corrosion behavior and surface characterization of titanium in solution containing fluoride and albumin. *Biomaterials*. 2005; 26: 829-37.



Vargas E, Baier R, Meyer A. Reduce corrosion of cp Ti and Ti-6Al-4V alloy endosseous dental implant after glow discharge treatment: a preliminary report. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 1992; 7: 338-44.

Whan RE, editor. *Materials characterization*. Metals Park: ASM International; 1992. p. 297-320. [ASM Handbook, v. 10].

Yokoyama K, Ichikawa T, Murakami H, Miyamoto Y, Asaoka K. Fracture mechanisms of retrieved titanium screw thread in dental implant. *Biomaterials*. 2002; 23: 2459-65.

Autorizo a reprodução deste trabalho.  
(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 28 de junho de 2007.

Luís Geraldo Vaz