

RESSALVA

Atendendo solicitação do (a) autor
(a), o texto completo desta tese será
disponibilizado a partir de

04/12/2021



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

MARCELO GABRIEL DE OLIVEIRA

**TRATAMENTO QUÍMICO E TÉRMICO EM Ti-CP VISANDO A
FORMAÇÃO DE UMA SUPERFÍCIE BIOATIVA PARA
OTIMIZAÇÃO DA OSSEOINTEGRAÇÃO**

2019

MARCELO GABRIEL DE OLIVEIRA

**TRATAMENTO QUÍMICO E TÉRMICO EM Ti-CP VISANDO A
FORMAÇÃO DE UMA SUPERFÍCIE BIOATIVA PARA OTIMIZAÇÃO
DA OSSEOINTEGRAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Programa em CIÊNCIA E TECNOLOGIA APLICADA À ODONTOLOGIA.

Área: Inovação tecnológica multidisciplinar com ênfase em odontologia. Linha de pesquisa: Inovação tecnológica.

Orientador: Prof. Dr. Adriano Gonçalves dos Reis
Coorientadora: Dra. Polyana Alves Radi Gonçalves

São José dos Campos

2019

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2019]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

Apresentação gráfica e normalização de acordo com as normas estabelecidas pelo Serviço de Normalização de Documentos da Seção Técnica de Referência e Atendimento ao Usuário e Documentação (STRAUD).

Oliveira, Marcelo Gabriel de

Tratamento químico e térmico em Ti-cp visando a formação de uma superfície bioativa para otimização da osseointegração / Marcelo Gabriel de Oliveira. - São José dos Campos : [s.n.], 2019.
46 f. : il.

Dissertação (Mestrado Profissional) - Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia Aplicada à Odontologia - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2019.

Orientador: Adriano Gonçalves dos Reis

Coorientadora: Polyana Alves Radi Gonçalves

1. Titânio. 2. Tratamento alcalino e térmico. 3. Titanato de sódio. I. Reis, Adriano Gonçalves dos, orient. II. Gonçalves, Polyana Alves Radi, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Adriano Gonçalves dos Reis

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Marcos Yutaka Shiino

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof^a Dr^a Maria Margareth da Silva

Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA)

Departamento de Materiais e Processos

Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 04 de dezembro de 2019.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha família, em especial à minha esposa Isis Garcia por proporcionar este momento em minha vida cuidando de nossos filhos para que eu me dedicasse aos estudos. À minha princesa Laís que enche-me de emoção e saudades a cada telefonema e escutar papai estou com saudades. Ao meu filho recém-nascido Luigi que veio para nos encher de alegria e aos meus pais, Benedita e João, que sempre me incentivaram aos estudos e sem eles nada seria possível.

AGRADECIMENTOS

À minha esposa Isis e meus filhos Laís e Luigi pela compreensão pelos dias de distância.

Aos meus pais, Benedita e João, pelo o amor e ensinamentos.

Ao meu orientador Adriano Reis, pelo projeto elaborado, toda orientação, ensinamentos e dedicação ao trabalho.

À minha coorientadora Polyana Gonçalves, pela simplicidade, conhecimento, disposição e dedicação a cada fase do trabalho.

Ao INPE pelas análises de perfilometria, MEV-FEG com EDS e aderência por indentação.

Ao Tenente Vitor do IEAv pelas análises de nanoindentação.

Ao Prof. Walter Miyakawa pelas análises de AFM.

Ao ICT/UNIFESP pelas análises de DRX.

Ao Laboratório de Bioengenharia do ICT/Unesp pelas análises de molhabilidade. Ao Laboratório de Pesquisa de Materiais Dentários do Departamento de Materiais odontológicos e Prótese do ICT/UNESP, em especial à Dra. Thaís Cachuté Paradella, pelas análises de MEV/EDS.

Ao CNPQ (Projeto Universal 403070/2016-3) pelo suporte financeiro para realização deste projeto de pesquisa

Planejar é decidir de antemão qual é, e como será sua vitória.
Rhandy di Stefano

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	7
RESUMO	8
<i>ABSTRACT</i>	9
1 INTRODUÇÃO.....	10
2 ARTIGO	12
2.1 Artigo – Oliveira MG, Radi PA, Reis DAP, Reis AG. Formação de superfície bioativa no titânio via tratamentos alcalino e térmico para rápida osseointegração / <i>Titanium bioactive surface formation via alkali and heat treatments for rapid osseointegration</i>	12
3 CONSIDERAÇÕES GERAIS	33
APÊNDICE.....	35
ANEXO	46

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AFM	Microscopia de Força Atômica
CDPs	Corpos de Prova
DRX	Difração de Raio X
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva
ITA	Instituto Tecnológico de Aeronáutica
INPE	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
NaOH	Hidróxido de sódio
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
SBF	Fluído Corporal Simulado
Ti-cp	Titânio comercialmente puro
TiO ₂	Óxido de Titânio
TQ	Tratamento químico
TQT600	Tratamento químico e térmico à 600°
TQT900	Tratamento químico e térmico à 900°
UNIFESP	Universidade Federal de São Paulo
UNESP	Universidade Estadual Paulista

Oliveira MG. Tratamento químico e térmico em Ti-cp visando a formação de uma superfície bioativa para otimização da osseointegração [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2019.

RESUMO

Embora o titânio e suas ligas sejam amplamente utilizados como materiais de implante, estudos para acelerar a osseointegração têm sido realizados. Uma das técnicas em estudo é o tratamento alcalino e térmico. Este trabalho tem como objetivo avaliar a formação de uma superfície bioativa em titânio comercialmente puro grau 4 após tratamento alcalino e térmico a 600 °C e 900 °C. Técnicas de caracterização via MEV, AFM, Raman, DRX, molhabilidade, nanoindentação e aderência à indentação foram realizadas para avaliar modificações superficiais e na seção transversal além disso, teste in vitro via imersão em SBF (fluido corporal simulado) para avaliar o crescimento de apatita. O tratamento alcalino formou hidrogenotitanato de sódio (1 µm de espessura) e o tratamento alcalino e térmico formou titanato de sódio (1 µm de espessura), enquanto o rutilo (TiO₂) aumentou com o aumento da temperatura do tratamento, atingindo até 5 µm de espessura. A superfície passou de ligeiramente hidrofílica para totalmente hidrofílica. A rugosidade e a área de superfície aumentaram, especialmente em tratamento alcalino e térmico a 900 °C. A dureza da camada superficial aumentou significativamente com o tratamento térmico, e a aderência da indentação mostrou que o tratamento alcalino e térmico a 900 °C apresenta maior delaminação da superfície. Testes in vitro confirmaram que o tratamento alcalino e térmico acelera o crescimento da apatita, mas que o tratamento alcalino e térmico a 600 °C é o tratamento que possui a maior resistência mecânica e é mais adequado para acelerar a osseointegração.

Palavras-chave: Titânio. Tratamento alcalino e térmico. Titanato de sódio.

Oliveira MG. Effect of chemical and thermal treatment on Ti-CP surface via chemical and thermal treatment at different temperatures [dissertation]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2019.

ABSTRACT

Although titanium and its alloys are widely used as implant materials, studies for rapid osseointegration have been performed. One of the techniques currently in study is the alkali and heat treatment. This work aims to evaluate the formation of a bioactive surface in titanium commercially pure grade 4 after alkali and heat treatment at 600 °C and 900 °C. Characterization techniques via SEM, AFM, Raman, XRD, wettability, nanoindentation and indentation adhesion were performed to evaluate surface and cross sectional modifications. In addition, in vitro test via SBF (simulated body fluid) soaking was performed to evaluate apatite growth. Alkaline treatment formed sodium hydrogen titanate (1 µm thick), and alkali and heat treatment formed sodium titanate (1 µm thick), while rutile TiO₂ increased with increasing treatment temperature, reaching up to 5 µm thick. The surface went from slightly hydrophilic to fully hydrophilic. Roughness and surface area increased, especially in alkali and heat treatment at 900 °C. The hardness of the surface layer was significantly increased by the heat treatment, and the indentation adhesion showed that the alkali and heat treatment at 900 °C presented higher surface delamination. In vitro tests have confirmed that alkali and heat treatment accelerate apatite growth, but that alkali and heat treatment at 600 °C is the treatment that has the highest mechanical strength and is best suited to accelerate osseointegration.

Keywords: Titanium. Alkali-heat treatment. Sodium titanate.

1 INTRODUÇÃO

O termo osseointegração, que é definido como um processo de conexão direta estrutural e funcional entre o osso vivo e a superfície de um implante submetido a uma carga oclusal, tornou-se conhecido após o ano de 1977, quando o professor Per-Ingvar Brånemark observou que o titânio era o material mais indicado na confecção de implantes pelas suas propriedades físicas e biológicas (Brånemark et al., 1969; Brånemark et al., 1977). Este descobrimento é considerado uma das grandes revoluções da implantodontia. Desde a descoberta do processo de osseointegração iniciou-se uma constante busca na evolução destes resultados.

Adell et al. (1981) classificaram o processo de osseointegração como uma ligação direta e duradoura relacionando o osso e o implante. Em seu estudo foi avaliado todo o processo de osseointegração, desde seu contato primário até sua estabilidade após a instalação de sua respectiva prótese, e foi possível concluir que se faz necessário um processo de osseointegração eficaz para a reabilitação por próteses implanto suportadas.

Devido à necessidade de uma fixação biológica eficaz como pré-requisito para longevidade da reabilitação de próteses implanto suportadas, a alteração na superfície do implante ganhou panorama decisivo no âmbito dos estudos, sendo fato fundamental na evolução para o processo de osseointegração (Novaes et al., 2010).

A resposta biológica da superfície do implante está relacionada diretamente à suas composições químicas e físicas, sendo a topografia aplicada relacionada diretamente às respostas no processo de osseointegração (Brandão et al., 2010). A formação óssea sobre a superfície do implante está ligada diretamente a quatro características atribuídas: composição química; energia da superfície,

topografia e molhabilidade. A superfície rugosa se apresenta como influenciador direto para o processo de osseointegração melhorando o contato osso-implante (Barbosa, 2016).

O grande objetivo dos estudos sobre a osseointegração está relacionado diretamente em acelerar este processo. Por este motivo, os estudos avaliam diversas variáveis no processo de tratamento de superfície do titânio, desde mecânico à biológico, com o objetivo de avaliar sua eficácia em seus resultados. O tratamento de superfície é apresentado como agente fundamental para esta evolução com a finalidade de acelerar o processo de osseointegração, porém é destacado a necessidade de novas linhas de pesquisa para compreender melhor a confiabilidade e prognóstico para o processo (Avila et al., 2009), e este estudo vai ao encontro deste objetivo.

Baseado na importância da osseointegração no processo de reabilitação com utilização de implante dentário, o objetivo geral deste estudo é realizar uma alteração na superfície do Ti-cp grau IV via tratamento alcalino (NaOH 5M a 60 °C por 24h) e, posteriormente, térmico em duas temperaturas diferentes (600 °C / 1h e 900 °C / 1h) para formação de uma superfície bioativa no metal.

3 CONSIDERAÇÕES GERAIS

O sucesso do processo para reabilitação oral mediada por implantes está ligado diretamente ao sucesso da estabilidade do implante em relação ao osso. Ao longo dos últimos anos, incessantes estudos têm sido realizados na evolução do tratamento de superfície para melhorar o processo de osseointegração, que se trata do íntimo contato entre osso e implante, gerando uma estabilidade para ser realizada a reabilitação protética capaz de suportar as forças mastigatórias.

A proposta apresentada foi estabelecer uma nova superfície de implante, capaz de proporcionar uma melhora em suas propriedades de superfície, tornando-se mais eficaz no processo de osseointegração. O trabalho apresentou resultados promissores em relação à otimização da osseointegração. Como trabalhos futuros sugere-se uma avaliação detalhada da imersão das amostras tratadas em SBF, alterando-se o tempo de imersão, e uma avaliação *in vivo*. Espera-se com isso que os bons resultados físico-químicos sejam então corroborados com avaliações *in vitro* e *in vivo*.

REFERÊNCIAS*

Adell R. A 15-year study of osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. *Int J Oral Surg*. 1981;10(6):387–416. doi: 10.1016/S0300-9785(81)80077-4. PMID: 6809663.

Avila G, Misch K, Galindo-Moreno P, Wang HL, Implant surface treatment using biomimetic agents. *Implant Dent*. 2009;18(1):17-26. doi: 10.1097/ID.0b013e318192cb7d. PMID: 19212234.

Barbosa TP. Características funcionais de implantes dentários: topografia superficial e molhabilidade [dissertação]. Uberlândia: Universidade Federal de Uberlândia; 2016.

Brandão ML, Esposti TBD, Bisognin ED, Harari ND. Superfície dos implantes osseointegrados X resposta biológica. *Rev Implant*. 2010;7(1):95–101.

Brånemark PI, Adell R, Breine U, Hansson BO, Lindström J, Ohlsson A. Intraosseous anchorage of dental prostheses. Experimental studies. *Scand J Plast Reconstr Surg*. 1969;3(2):81-100. doi.org/10.3109/02844316909036699. PMID: 4924041.

Brånemark PI, Hansson BO, Adell R, Breine U, Lindström J, Hallén O, et al. Osseointegrated implants in the treatment of edentulous jaw: experience from a 10-year period. *Scand J Plast Reconstr Surg Suppl*. 1977;16:1-132. PMID: 356184.

Novaes AB Jr, de Souza SL, de Barros RR, Pereira KK, Iezzi G, Piattelli A. Influence of implant surfaces on osseointegration. *Braz Dent J*. 2010;21(6):471-81. <http://dx.doi.org/10.1590/S0103-64402010000600001>. PMID: 21271036.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [cited 2019 Nov 20]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Available from: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html