

Matheus Detogni Simi

***Tratamento de superfície de implantes dentários:
formação de nanotubos***

Araçatuba – SP

2013

Matheus Detogni Simi

***Tratamento de superfície de implantes dentários:
formação de nanotubos***

Trabalho de Conclusão de Curso como parte dos requisitos para obtenção do Título de Bacharel em Odontologia da Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho".

Orientadora: Prof^ª. Adj. Maria Cristina Rosifini Alves-Rezende

Araçatuba – SP

2013

Dedicatória

Dedicatória

Dedico este trabalho aos meus pais que sempre me apoiaram, me deram força e se dedicaram muito para que o dia de hoje chegasse. Especialmente a minha mãe que sempre acreditou no meu potencial e nunca deixou eu desistir dos meus sonhos

Agradecimentos

Agradecimentos

Agradeço a Deus por iluminar meus passos ao longo desses cinco anos.

Ao meu avô Victório que se foi durante a minha infância, me ensinou que o homem pode ter estudo e inteligência, mas antes de todas as qualidades, deve ter a nobreza da honestidade.

A minha avó Geni presente em minha vida como exemplo de força, alegria e humildade.

Aos meus pais que sempre acreditaram que um dia estaria aqui, me deram confiança para lutar e enfrentar as dificuldades do dia-a-dia e lutaram muito para me dar condições para continuar. Minha mãe batalhadora, símbolo de determinação, perseverança e amor ao próximo.

Aos meus irmãos Lucas e Felipe por se mostrarem família, grandes amigos, companheiros de todos os momentos.

A todas as verdadeiras amizades que fiz ao longo dessa caminhada. Aos meus irmãos da República Viracopos, Brunno e Guilherme, que me ajudaram, apoiaram, souberam compreender os defeitos e dividiram as tristezas e as alegrias. Pessoas que compartilhei todo o período que aqui permaneci e que levarei comigo sempre. Ao cachorro Nego e o mais novo integrante da casa, Renier, pelas horas tomadas do meu dia, pelas risadas, pelas artes mas também pela

paciência virtude de poder aconselhar e ensinar o que e como deve ser feito.

Agradeço a todos os professores que compartilharam seus conhecimentos, em especial, a professora Maria Cristina Rosifini Alves Rezende que me acolheu de braços abertos, muito acrescentou na minha formação, me conduzindo com devoção, paciência e maestria durante esses anos. Àquela que se mostrou presente e se importou com os detalhes, preocupou-se não somente com o meu conhecimento, quem soube ensinar além do ser dentista e não poupou esforços para fazer o melhor possível pelo meu aprendizado acadêmico.

Você tem que encontrar o que você gosta.
E isso é verdade tanto para o seu trabalho quanto para seus
companheiros.
Seu trabalho vai ocupar uma grande parte da sua vida.
E a única maneira de estar verdadeiramente satisfeito é fazendo aquilo
que você acredita ser um ótimo trabalho.
E a única maneira de fazer um ótimo trabalho é fazendo o que você ama
fazer.
Se você ainda não encontrou, continue procurando.
Não se contente.
Assim como com as coisas do coração, você saberá quando encontrar.
E, como qualquer ótimo relacionamento, fica melhor e melhor com o
passar dos anos.
Então continue procurando e você vai encontrar.
Não se contente.

Steve Jobs

Resumo

Simi MD; Alves-Rezende MCR. Tratamento de superfície de implantes dentários: formação de nanotubos. 39p. (Trabalho de Conclusão de Curso – Graduação). Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba.

RESUMO

A osseointegração dos implantes dentários depende do material empregado, processo de fabricação, desenho, condições de usinagem, tipo do osso que o recebe, técnica cirúrgica empregada, características da prótese que será aplicada sobre o implante e condições de carregamento durante a mastigação. Sobretudo é fortemente dependente da interação entre as células e a superfície do implante. Nanotubos de óxido de titânio têm sido objeto de estudos recentes em relação à sua capacidade de promover diferenciação de várias linhagem celulares. Avaliou-se a molhabilidade da camada de nanotubos de óxido de titânio (TiO₂) preparada por oxidação anódica na superfície de implantes de titânio comercialmente puro (TiCp) ASTM F67/Grau 4. Nanotubos foram crescidos por anodização utilizando glicerol-H₂O DI (50-50 v / v) + NH₄F (0.5-1,5%/10-20V) por 3 horas a 37 ° C. Após a formação de nanoestruturas a topografia da superfície foi avaliada quanto à quantidade, diâmetro e altura dos nanotubos por meio de microscópio de varredura de emissão de campo (FE-SEM). A molhabilidade foi avaliada pela mensuração do ângulo de contato obtido na superfície anodizada utilizando-se Goniômetro300F1(Ramé-Hard Inst.Co) no modo gota séssil/5 gotas/ml. Como grupo controle foi utilizada superfície não-anodizada de TiCp. Os resultados mostraram valores médios de 39,1 ° para superfície com nanotubos e 75,9° para superfície não-anodizada. Concluiu-se que o crescimento de nanotubos foi efetivo nas condições experimentais utilizadas e permitiu maior molhamento, menor tensão e maior energia na superfície do titânio.

Palavras Chave: Titânio; Molhabilidade; Propriedades de Superfície

Abstract

Simi MD; Alves-Rezende MCR. Surface treatment of dental implants: nanotube growth. (Academic Paper). Araçatuba: Faculty of Dentistry – São Paulo State University; 2013. 39p

ABSTRACT

The osseointegration of dental implants is dependent of the material used, the manufacturing process, drawing, machining conditions, the type of bone, surgical technique, features of the prosthesis to be applied on the implant and loading conditions during chewing. Above is strongly dependent of the interaction between cells and the surface of the implant. Titanium oxide nanotubes have been the subject of recent studies regarding their ability to promote differentiation of various cell lineages. We evaluated the wetting of layer nanotubes formed on titanium oxide (TiO₂) prepared by anodic oxidation on the surface of commercially pure titanium implants (CP Ti) ASTM F67/Grade 4. Nanotubes were grown by anodization using glycerol DI-H₂O (50-50 v / v) + NH₄F (0.5-1,5% / 10-20V) for 3 hours at 37 ° C. After the formation of nanostructures the surface topography was evaluated measuring the amount, height and diameter of the nanotubes by scanning electron microscope of field emission (FE-SEM). The wettability was evaluated by measuring the contact angle obtained in anodized surface using Goniômetro300F1 (Ramé Inst.Co-Hard) mode sessile drop / 5 drops / ml. the control group not used anodized surface. The results showed values of 39.1 ° for nanotube surface and 75.9 ° for control surface. It was concluded that the growth of nanotubes was effective in the experimental conditions used and allowed a higher wettability, lower tension and higher energy on the titanium surface.

Keywords: Titanium; Wettability; Surface Treatment.

Lista de Tabelas

Lista de Tabelas

Tabela 1. Valores obtidos para os ângulos de contato (°)	30
Tabela 2. Médias das medidas do ângulo de contato (°)	31

Lista de Figuras

Lista de Figuras

Figura 1. Célula Eletroquímica para anodização	26
Figura 2. Equipamento empregado para medida do ângulo de contato (Goniômetro)	26
Figura 3. Equipamento empregado para medida do ângulo de contato (Goniômetro)	27
Figura 4. Fotomicrografia da superfície recoberta por nanotubos (Grupo II) obtida por microscopia eletrônica de varredura (61408 X)	30
Figura 5. Fotomicrografia da superfície recoberta por nanotubos (Grupo II) obtida por microscopia eletrônica de varredura (61408 X)	31
Figura 6. Imagem da gota de água sobre espécime do Grupo I – Controle	32
Figura 7. Imagem da gota de água sobre espécime do Grupo II – Tratado	32

Sumário

Sumário

Introdução	19
Proposição	22
Material e Método	24
Resultados e Discussão	29
Conclusão	35
Referências	37

Introdução

Introdução

Desde os trabalhos clássicos de Bränemark et al.¹ 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 ósseo² otimização dos determinantes de estrutura eletrônica, cristalinidade, composição e propriedades³.

As modificações de superfície do implante preservam as características de volume da liga, modificando propriedades tribológicas (atrito), mecânicas, químicas e biológicas⁴, de tal modo a aumentar sensivelmente o padrão de compatibilidade⁵.

Comportamentos celulares, tais como adesão e proliferação são extremamente afetados pela hidrofiliabilidade, rugosidade, carga, energia livre e morfologia do implante dentário⁶.

Para Dinato e Polido⁷ 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 Wan⁸ 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^{9,10}.

Buser et al.¹¹ destacam a importância das propriedades de superfície: topografia, carga de superfície e molhabilidade uma vez que afetam processos tais como adsorção iônica, absorção de proteínas, interação célula-superfície, e crescimento/desenvolvimento celular na interface entre o osso e o implante dentário.

Ellingsen et al.¹² lembram que os tratamentos da superfície dos implantes de titânio permitem alterar a composição química, a energia superficial, a morfologia, a topografia e a rugosidade da sua superfície. Alterações na topografia e na energia superficial podem ser controladas mediante o emprego de jateamento, ataque ácido e anodização.

Nanotubos de óxido de titânio têm sido objeto de estudos recentes em relação à sua capacidade de potencializar a diferenciação de várias linhagem celulares. Seu crescimento nas superfícies dos implantes dentários parece promover alterações químicas e mudanças micromorfológicas capazes de estimular a osseointegração¹³.

Proposição

Proposição

O propósito deste trabalho foi avaliar a molhabilidade da camada de nanotubos de óxido de titânio (TiO₂) preparada por oxidação anódica na superfície de implantes de titânio comercialmente puro (TiCp) ASTM F67/Grau 4.

Material e Método

Material e Método

➤ Usinagem dos discos

Foram confeccionados 20 discos (3mm de espessura e 13 mm de diâmetro) de Titânio ASTM F67 (Grau 4), contendo uma face usinada e outra lisa em torno CNC STAR®, modelo SR-20R11, com potência de 2,2 kW. Foi empregada ferramenta de roscamento externo ISCAR® 16 ER 0.80 ISO IC 908 (metal duro revestido com TiNAl) e fluido de corte ECOCUT 910 (FUCHS®) em abundância. Posteriormente, as amostras foram lavadas em ultrassom com acetona (P.A. Merck) por 15 minutos e divididas em dois grupos: Grupo I (Controle - Usinado) e Grupo II (Tratado - Nanotubos).

➤ Anodização – Crescimento dos nanotubos

Para anodização eletroquímica foi utilizado o meio Glicerol-H₂O DI (50-50 v/v) + NH₄F com concentração variando de 0,5 a 1,5 % em massa, tensão de 10 a 30V, tempo de 1 a 3 horas, sob agitação mecânica (barra magnética imersa no eletrólito com agitação de 250 rpm) e em temperatura ambiente. O catodo foi uma folha de platina e o eletrodo de trabalho titânio grau IV. Ao término do processo os discos foram lavados três vezes em álcool isopropílico e secos com ar comprimido livre de óleo. Na sequência foram calcinados em forno resistivo a 530°C (1°C/min) por um período de 3 horas. A superfície dos discos foi observada por microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (SEM/FEG) para verificar a presença de nanotubos, sua distribuição e morfologia.

Na figura 1 é possível observar a configuração da célula eletroquímica a ser empregada nesse estudo.

➤ Análise do grau de molhabilidade

A análise do ângulo de contato foi realizada utilizando Goniômetro automatizado (Ramé-Hard Instrument Co.–modelo-Advanced Goniometer model n°

300-F1, Serial n° 709262) (Figuras 2 e 3). O equipamento possui câmera acoplada, a qual captura a imagem da gota sendo depositada sobre a amostra, por meio de dispositivo semelhante a conta-gotas. O perfil desta gota é determinado por meio programa de computador (software) que calcula o ângulo de contato da superfície. Para a referida análise as amostras foram inicialmente lavadas em água deionizada e secas com jatos de argônio. A solução utilizada para avaliação do ângulo de contato foi água destilada. Para tanto, uma gota de água destilada (no modo gota sésil/5 gotas/ml) foi pipetada sobre cada amostra do estudo. Após a deposição da gota a mesma foi fotografada, a fim de que sua curvatura (ou ângulo de contato), ou seja, o ângulo entre o plano tangente à gota de água e o plano contendo a superfície do titânio onde a gota está depositada fosse medido.



Figura 1 – Célula Eletroquímica para anodização



Figura 2 - Equipamento empregado para medida do ângulo de contato (Goniômetro)



Figura 3 - Equipamento empregado para medida do ângulo de contato (Goniômetro)

➤ Análise da superfície por microscopia eletrônica de varredura

Após a formação de nanoestruturas a topografia da superfície foi avaliada quanto à quantidade, diâmetro e altura dos nanotubos por meio de microscopia eletrônica de varredura.

A versatilidade da microscopia eletrônica de varredura e da microanálise se encontra na possibilidade de se poder captar e medir as diversas radiações provenientes das interações elétron-amostra. Estas interações podem revelar informações da natureza da amostra incluindo composição, topografia, potencial eletrostático, campo magnético local e outras propriedades da amostra.

O princípio da microscopia eletrônica de varredura consiste na emissão de um feixe de elétrons por um filamento de tungstênio, que concentrado, controlado e reduzido por um sistema de lentes eletromagnéticas, diafragmas e bobinas incide sobre a amostra, provocando uma série de emissões de sinais relacionados com a interação do feixe de elétrons incidente e a amostra. Os sinais emitidos encontram-se sob a forma de elétrons (secundários, retroespalhados, absorvidos, transmitidos, difratados, etc.) e de fótons (fotoluminescentes e raios-X), os quais são captados por detectores apropriados, sendo amplificados e processados num sistema analisador específico para cada tipo de sinal.

Por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi possível obter imagens ampliada e tri-dimensionais das amostras dos Grupol e II a partir da interação de um feixe de elétrons com a superfície do material. Este feixe de elétrons (elétrons primários) gerado por efeito termo-iônico é acelerado através de uma diferença de potencial e colimado através de coluna ótico-eletrônica sendo conduzido à câmara que continha a amostra, sendo que ao varrer cada ponto da amostra gerou sinais que foram captados e amplificados a fim de gerar a imagem.

Resultados e Discussão

Resultados e Discussão

A superfície do titânio após anodização e crescimento de nanotubos é observada nas Figura 4 (aumento de 61 408 vezes) e 5 (aumento de 152 520 vezes).

Os resultados das médias das medidas do ângulo de contato dos Grupos I e II estão apresentados nas Tabelas 1 e 2.

Tabela 1 - Valores obtidos para os ângulos de contato (°)

	CP 1	CP 2	CP 3	CP 4	CP 5	CP 6	CP 7	CP 8	CP 9	CP 10
Controle	77.2	76.8	76.9	71.7	77.5	74.3	73.9	73.8	79.8	77.7
Tratado	33.5	33.2	35.5	36.5	35.0	35.2	35.6	48.9	48.4	48.5

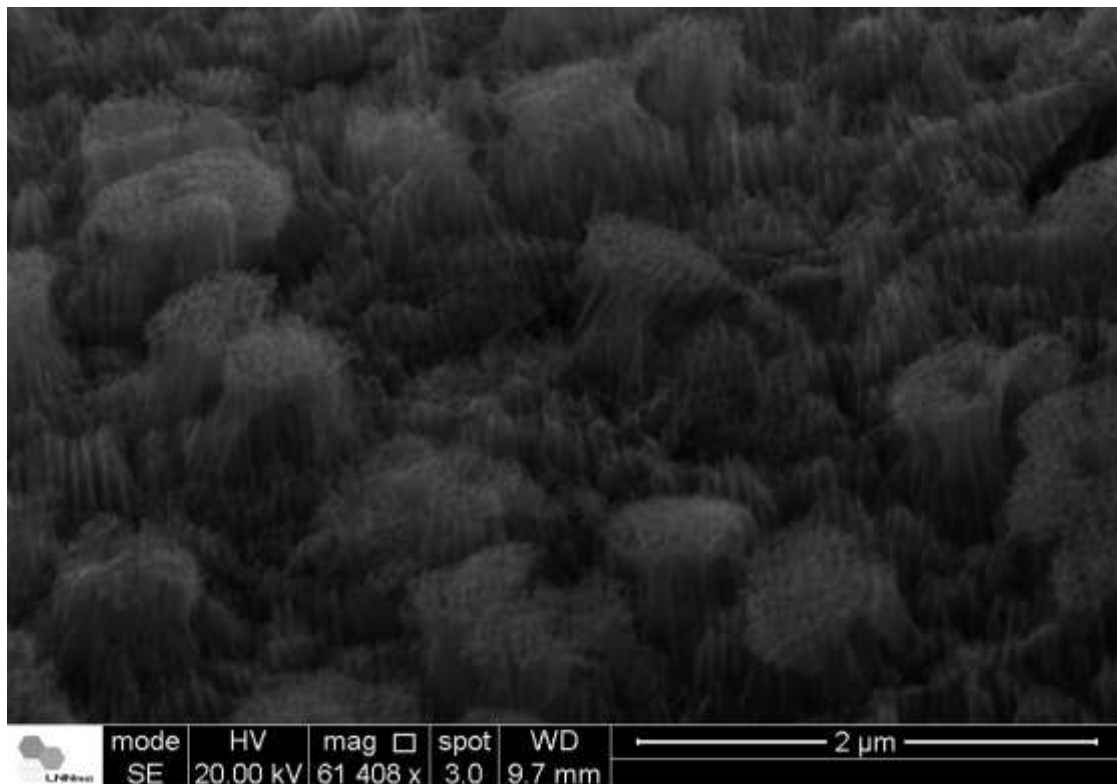


Figura 4 - Fotomicrografia da superfície recoberta por nanotubos (Grupo II) obtida por microscopia eletrônica de varredura (61408 X)

Tabela 2 - Médias das medidas do ângulo de contato (°)

Amostras	Ângulo de Contato
Grupo I (Controle - Usinado)	75,9±0,20
Grupo II (Tratado – Nanotubos	39,1± 0,72

A Figura 6 mostra a imagem da gota de água sobre a amostra no Grupo Controle (Grupo I). Na Figura 7 pode ser observada a imagem da gota de água sobre amostra do Grupo II (Tratado – Crescimento de Nanotubos). A observação das imagens permite afirmar que existe coerência entre as mesmas e os resultados numéricos obtidos para as medidas do ângulo de contato e listados nas Tabelas 3 e 4

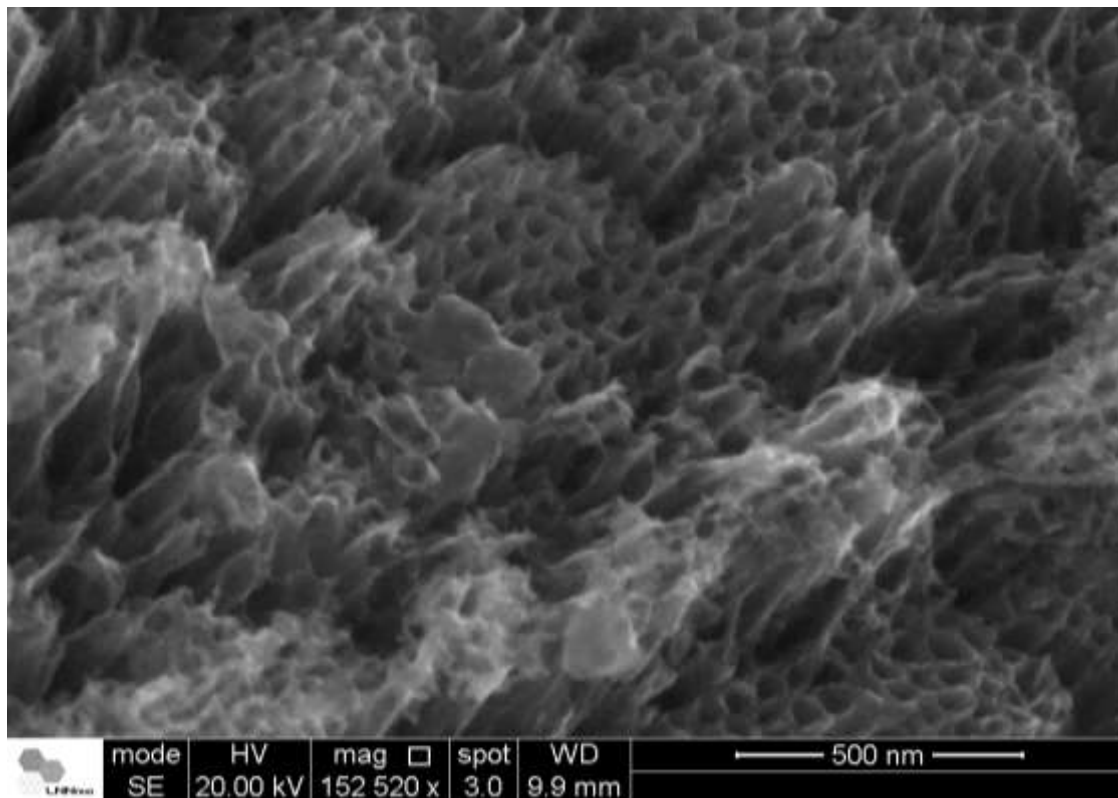


Figura 5 - Fotomicrografia da superfície recoberta por nanotubos (Grupo II) obtida por microscopia eletrônica de varredura (61408 X)

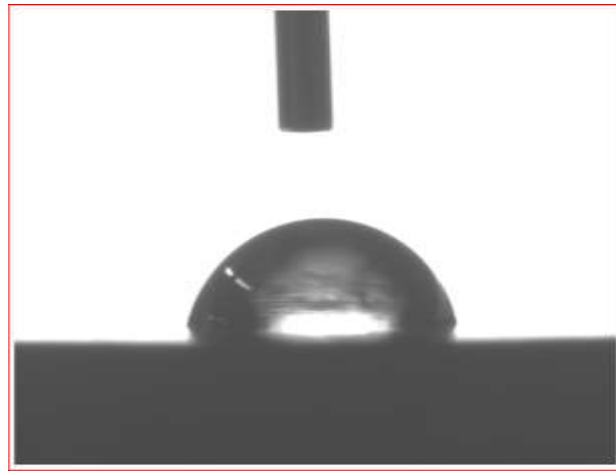


Figura 6 - Imagem da gota de água sobre espécime do Grupo I – Controle

Coutinho e Elias¹⁴ lembram que a molhabilidade é uma medida macroscópica que permite a determinação da energia de superfície de um determinado material.

Assim, quanto menor o ângulo de contato, maiores a molhabilidade, hidroflicidade e energia de superfície do material.

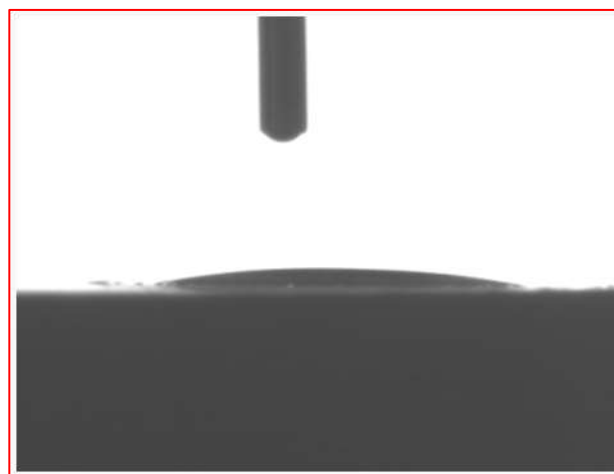


Figura 7 - Imagem da gota de água sobre espécime do Grupo II - Tratado

Pela medida do ângulo da curvatura pode-se relacionar ângulo de contato com a tensão superficial e com a energia de superfície apresentadas pelo material em relação à solução empregada¹⁴. Como a relação entre o ângulo de contato e a molhabilidade ocorre de forma inversa em uma mesma superfície, uma diminuição deste ângulo eleva a capacidade de molhabilidade da superfície¹⁵.

O aumento no ângulo de contato por sua vez, corresponde à menor tensão superficial apresentada ou menor energia de superfície, significando menor aderência da solução aos materiais empregados.

Baier e Meyer¹⁶ (3) estabeleceram importante relação entre a tensão superficial crítica dos implantes e sua biocompatibilidade. Para os autores, materiais com alta energia livre de superfície adsorvem mais facilmente macromoléculas, desenvolvem maior número de sítios favoráveis para ocorrer a ligação e formam camadas mais favoráveis para a ligação das células. Sabe-se que materiais com tensão superficial entre 20 e 30 dinas/cm² mostram baixa adesão celular. Logo, materiais com valores de tensão superficial superiores a esta faixa apresentam melhores resultados quanto à osseointegração. A adsorção das moléculas é um processo dinâmico e a superfície deve ter propriedades otimizadas a fim de garantir a resposta adequada dos tecidos hospedeiros.

Vale lembrar que alterações na rugosidade e composição química da superfície podem modificar a influência do nível de energia superficial sobre a biocompatibilidade do implante¹⁴.

Existe uma tendência na diminuição do ângulo de contato à medida que a tensão superficial de um líquido reduz. Como o ângulo de contato está relacionado com a composição química e à geometria da superfície, as propriedades físico-químicas de superfície são essenciais na análise da molhabilidade¹⁷. Nicolaiewsky¹⁸ constatou que quanto mais ativa a superfície, melhor a molhabilidade em relação aos líquidos. Assim, a maior molhabilidade observada no Grupo II (Nanotubos) pode ser justificada pela maior área de superfície das amostras do Grupo II quando comparadas às amostras-controle do Grupo I.

A partir dos resultados obtidos é possível afirmar que o tratamento da superfície com nanotubos permitiu maior hidrofiliabilidade nas superfícies tratadas, já que houve redução no valor médio do ângulo de contato de 75,9° no Grupo II (Nanotubos) para

39,1° no grupo I (Controle). Outro achado importante é que as menores médias no Grupo II (nanotubos) indicam a menor tensão superficial nas superfícies das amostras deste grupo quando comparadas com as superfícies das amostras do Grupo I (Controle).

Estes resultados nos permitem inferir a grande possibilidade das superfícies de titânio recobertas por nanotubos facilitarem a adesão e crescimentos celulares, potencializando o processo de osseointegração. No entanto, pesquisas futuras com testes *in vitro* e *in vivo* são necessárias para que essas evidências possam ser comprovadas.

Conclusão

Conclusão

Com base na metodologia empregada e nos resultados obtidos concluiu-se que o crescimento de nanotubos foi efetivo nas condições experimentais utilizadas e permitiu maior molhamento e menor tensão superficial do titânio.

Referências

Referências

1. 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
2. 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.
3. 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.
4. Sioshansi P, Tobin EJ. Surface treatment of biomaterials by ion beam process. *Surf Coat Technol.* 1996; 83: 175–82.
5. 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
6. Marques C. Tratamento de Superfícies de Implantes de Titânio. 2007. 107f. Dissertação [mestrado] - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro.
7. Dinato JC, Polido WD. Implantes osseointegrados: cirurgia e prótese. São Paulo: Artes Médicas; 2004.
8. Duan K, Wang R. Surface modifications of bone implants through wet chemistry. *J Mater Chem.* 2006; 16 (24):2309-21.
9. 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.
10. 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.

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. Ellinngsen JE, Johansson CB, Wennerberg A, Holmén A. Improved retention and bone-toimplant contact with fluoride-modified titanium implants. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2004; 19(5): 659-66.
13. Alves Rezende MCR, Dekon SFC, Grandini CR, Bertoz APM, Alves-Claro APR. Tratamento de superfície de implantes dentários: SBF. *Rev Odontol Araçatuba* 2011; 32:38-43.
14. Coutinho MP, Elias CN. Rugosidade e molhabilidade do titânio usado em implantes com superfícies tratadas. *Rev Bras Odontol* 2009; 66(2):234-8.
15. Lim YJ, Donahue, H.J. Biomaterials characteristics important to skeletal tissue engineering. *Journal of Musculoskeletal and Neuronal Interactions*. 2004;4:396-98.
16. Baier RE, Meyer AE. Implant surface preparation. *Int J Oral Maxillofac Imp* 1988; 3(1): 9-20.
17. Faria AR. Avaliação do molhamento de soluções químicas utilizadas em endodontia através da fórmula de Young, 2009. 56f. Dissertação (mestrado). Universidade Estácio de Sá, Rio de Janeiro.
18. Nicolaiewsky F. Escoamento de Líquido e Geração de Área Superficial em Recheios Estruturados, 1999. 135f. Tese (doutorado) -Escola de Química (UFRJ) Rio de Janeiro.