

## 5

### Discussão

Primeiramente, são analisados os aspectos dos resultados da caracterização do material base.

Sequiem-se análises da caracterização superficial: morfológica, química e energética das superfícies estudadas que serviram de parâmetro de análise dos processos de tratamento.

#### 5.1

##### Caracterização do material base

A determinação das propriedades químicas e micrográficas por análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de transmissão (MET) é importante uma vez que estudos indicam que estas propriedades interferem nas propriedades superficiais M. AHMAD e al, (1999)<sup>38</sup>.

Seguindo a especificação da ASTM<sup>13</sup> que estabelece a composição química com os valores máximos para as impurezas do titânio comercialmente puro (Ti cp) utilizado como biomaterial, foi feita a análise química, através da espectrometria de emissão atômica, completa para prata, alumínio, arsênico, cobre, ferro, gálio, urânio, vanádio e zinco, pois o titânio dissolve estes elementos. A análise para elementos não-citados ou residuais não foi necessária, pois não ultrapassou o nível de concentração máxima de 0.1% para cada um deles e um total de 0.4 %.

Os espectros de XPS para os todos os materiais, identificaram a presença de carbono, nitrogênio e oxigênio. Tais elementos já eram esperados, uma vez que são de fácil adsorção pela superfície do titânio e os mais freqüentemente encontrados em trabalhos de sua caracterização química superficial por espectroscopia com raios-x.

Os aspectos gerais dos grãos podem ser observados no MEV (figuras 4.1 e 4.2) mostrando inclusive que existe textura no material (figura 4.3). Já no MET obsevamos os detalhe dos grãos que se apresentam encruados (figuras 4.4 e 4.5) e com alto nível de pureza (tabelas 4.1 e 4.2), mas quando observamos os contornos de grão as impurezas se revelam em forma de precipitados. (figuras 4. 6 e 4.7) com alto nível de ferro (tabela 4.3).

A espectrometria de emissão atômica junto com o XPS mostram a presença e concentrações dos seguintes elementos: ferro, alumínio, nitrogênio, carbono, hidrogênio e oxigênio que podem ser melhores observados nas tabela.

	<b>Ti cp</b>	<b>Material</b>
	<b>grau 4</b>	<b>base</b>
<b>Nitrogênio</b>	0.05%	0.04%
<b>Carbono</b>	0.10%	0.19%
<b>Hidrogênio</b>	0.015%	0.015%
<b>Ferro</b>	0.050%	0.150%
<b>Oxigênio</b>	0.40%	0.40%
<b>Titânio *</b>	98,54%	99,07%

\* O restante deverá ser titânio.

No quadro são mostrados os percentuais dos elementos analisados. Quando comparado com a norma da ASTM <sup>13</sup> este material base pode ser classificado como titânio comercialmente puro grau 4.

## 5.2

### Caracterização Superficial

#### GRUPO 1

Os aspectos micrográficos das superfícies, obtidos nas análises com o MEV (Figuras 4.8) e AFM (Figuras 4.9) mostram que a superfície usinada apresenta uma morfologia com ranhuras provocadas pelo processo de usinagem. Estas ranhuras, ou pequenas marcas superficiais formam estrias paralelas de larguras variáveis.

O valor de Ra determinado para esta superfície foi de 458nm; os valores de área efetiva observado foi o mais baixo com 1,9%; o valor do ângulo de contato desta superfície com a água bi-destilada foi de 74,5°.

#### GRUPO 2

Submeter o titânio e suas ligas a tratamentos químicos superficiais na procura de condições que induzam melhores respostas biológicas, tal como uma maior ósseo-integração ao implante, tem sido o objetivo de alguns trabalhos: YAN e DAVIES, (1998) <sup>19</sup>; NISHIGUCHI et al.,(1998) <sup>44</sup>; WEN et al., (1998) <sup>23</sup>.

Testes que avaliavam somente a influência das diferentes técnicas de limpeza e esterilização e não as

morfologias da superfície de implantes de titânio polidos e inseridos em tíbias de cães mostraram que a resistência oferecida para a retirada dos mesmos era maior para os que tinham sido submetidos a tratamentos com uma solução à base de ácido fluorídrico, quando comparados aos que não tinham sido tratados com esta solução KAWAHARA, (1995)<sup>45</sup>.

Existe dificuldade no isolamento dos efeitos de pequenas modificações químicas na variação do comportamento de implantes submetidos ao tratamento com ácido. Assim, os efeitos relacionados a um certo tratamento de superfície ficam relacionados à topografia que ele gera, ao valor de rugosidade, a área efetiva e a energia livre superficial que são as principais modificações da superfície induzida por este tipo de tratamento.

O valor médio de  $R_a$  observado no presente trabalho após o tratamento com solução ácida foi de 370nm; o valor de área efetiva observado foi de 2,6% mostrando um pequeno aumento em relação à superfície usinada; o valor do ângulo de contato observado foi de 71°.

Além da suave alteração na micromorfologia da superfície provocada pelo ataque químico com a solução (HCl/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HF/HNO<sub>3</sub> e HNO<sub>3</sub>) este tratamento pode ter favorecido a diminuição de rugosidade em 17% considerada grande e o valor de ângulo de contato observado na superfície mostrou também uma pequena diminuição.

Segundo KAWAHARA (1995)<sup>45</sup>, a decapagem com soluções à base de ácido fluorídrico, permite a obtenção de superfícies mais estáveis, através de imediata oxidação dos sítios reativos que ficam expostos sobre a superfície de titânio quando submetido ao ataque do referido ácido.

A solução ácida atacou a superfície em toda sua extensão, porém houve uma prevalência nas áreas mais salientes onde há sítios mais reativos; não eliminando completamente as ranhuras provocadas pela usinagem.

### GRUPO 3

Alguns trabalhos citam bons resultados para superfícies de titânio jateadas com valores de  $R_a$  em torno de 1 $\mu$ m, já outros, mostraram bons resultados em titânio submetido a jateamento abrasivo com rugosidades médias três a quatro vezes maiores, isto é, em torno de 3 – 4  $\mu$ m. Também existem trabalhos que mostram seus piores resultados com titânio jateado entre 2 – 3  $\mu$ m e os melhores com as superfícies lixadas com valores de  $R_a$  entre 0,2 – 0,3  $\mu$ m

LINCKS et al., (1998)<sup>46</sup>; DEGASNE et al., (1999)<sup>47</sup>; ANSELME et al., (2000)<sup>48</sup>.

O valor de  $R_a$  observado da superfície submetida a jateamento foi de 484nm; os valores de área efetiva observado foi de 15%; o valor do ângulo de contato observado foi de 36,7°.

Pode-se observar que os efeitos de alteração da micromorfologia superficial provocados pelo jateamento de  $TiO_2$  realmente imprime uma nova superfície no material o que não acontece com o tratamento ácido que apenas modifica suavemente a micromorfologia da superfície preservando as estrias da usinagem. O aumento de rugosidade que este tratamento provocou sobre a superfície usinada do titânio foi da ordem de 3%, considerado grande, além do valor de área efetiva observado foi o mais alto e valor de ângulo de contato observado sendo o mais baixo.

A presença de partículas observada nas superfícies deve ser resíduos do jateamento que ficaram inclusas nos interfícios dessas. Alguns autores descreveram essas partículas como sendo originadas do processo de jateamento<sup>49,50</sup>.

#### **GRUPO 4**

O valor de  $R_a$  observado nesta superfície foi de 429nm; os valores de área efetiva observado foi de 8%; o valor do ângulo de contato observado foi de 65°.

Esta superfície exhibe uma microtopografia mais suave e homogênea, com maior regularidade. Exibem pequenas crateras com diâmetros de até 50 $\mu$ m bem distribuídas por toda a extensão da superfície.

Pode-se notar que a solução ácida eliminou da superfície as partículas de  $TiO_2$ , além de ter alterado a microtopografia originalmente criada pelo jateamento, com uma suavização das heterogeneidades entre picos e depressões levando a uma diminuição da rugosidade e área quando comparada a superfície do GRUPO 3. Houve também um aumento no valor do ângulo de contato quando comparado com a superfície do GRUPO 3 pelo ataque da solução ácida.

#### **Morfologia e área das superfícies**

Os valores de  $R_a$  oferecem informações relevantes para a comparação do comportamento entre superfícies com microtopografias distintas. Além disso, não se pode tentar

isolar o efeito da rugosidade média sobre o comportamento biológico de osteoblastos, pois, não se busca somente uma faixa de rugosidade adequada, mas também a morfologia que lhe acompanhe.

Os tratamentos produziram três grupos de superfícies, respectivamente GRUPO 2, GRUPO 3 e GRUPO 4, com significativas diferenças de rugosidade médias, especialmente entre os grupos 3 e 4; os menores valores de  $R_a$  foram observados para os materiais do GRUPO 2 e os maiores, para os materiais do GRUPO 3.

A topografia da superfície da camada de óxido é outra propriedade que pode influenciar a resposta biológica. Dependendo da espessura, a topografia das superfícies poderia influenciar diferentes aspectos da interface implante/tecido<sup>50</sup>.

### **Molhabilidade das superfícies**

Os valores dos ângulos de contato medidos são dependentes da rugosidade do material e da presença de heterogeneidades superficiais RATNER et al, (1987)<sup>51</sup>, RATNER, (1996)<sup>52</sup>

Os resultados do parâmetro superficial que avalia, comparativamente, a molhabilidade das superfícies em relação a um certo líquido, isto é, o ângulo de contato gerado entre a gota de um líquido específico e as superfícies testadas, mostraram que o aumento de  $R_a$  nos materiais provocou um aumento da molhabilidade superficial. Assim, para um mesmo líquido, as superfícies jateadas do GRUPO 3 possuem maior molhabilidade que as do GRUPO 4, que por sua vez, são mais “molháveis” que as superfícies usinadas do GRUPO 1 que são maiores apenas que as do GRUPO 2 onde encontramos os menores valores.

Além da água, do soro e do glicerol, líquidos que foram utilizados, seria necessário a obtenção dos valores de ângulos de contato gerados entre as superfícies testadas e outros fluidos, com tensões superficiais líquido – vapor bem distintos, para que fossem obtidos valores de tensão crítica superficial mais preciso para as condições de microtopografia aqui estudada. Foi incluído nesta pesquisa o sangue como um dos fluidos pesquisados por ser este o primeiro tecido a entrar em contato com a superfície do implante quando implantado em vivo. Realmente os valores de ângulo de contato encontrados foram muito próximos, ficando dentro da margem de erro, mas fica aqui o registro para comparações futuras, pois não foi encontrado até a presente data dados comparativos na literatura.

## Considerações finais

A partir das observações realizadas os resultados sugerem que o processo subtrativo abrasivo por jateamento de óxidos de titânio é o processo que obteve os melhores resultados, levando a um aumento da rugosidade média Ra, aumento da área efetiva, aumento da energia livre superficial causado pelo encruamento da superfície proporcionado pela técnica, levando as menores medidas de ângulo de contato, isto é, maior molhabilidade. Porém se for comprovada a necessidade de remoção do  $\text{TiO}_2$  que impregna a superfície não é recomendada a técnica de subtração ácida que normalmente é posteriormente utilizada, pois existe perda quantitativa nos valores dos parâmetros aqui estudados, sendo então proposta outra técnica de remoção do material impregnado mesmo que para isto seja necessário modificar o material usado no jateamento.

## 6 Conclusão

Dentro da metodologia, técnicas experimentais e recursos empregados para análise da influência dos tratamentos nas superfícies testadas, foi possível obter as seguintes conclusões:

1 - Os aspectos aqui discutidos são de grande importância, uma vez que, existe uma concordância de opiniões que a natureza de superfície de um biomaterial determina os processos envolvidos na resposta biológica a um material implantado e pode ser descrita em termos de energia, química e morfologia superficial.

2 - Os diferentes tratamentos subtrativos utilizados na fabricação de implantes odontológicos modificam a morfologia, a rugosidade, a área e a molhabilidade da superfície de implantes de titânio cp tratados com estas técnicas.

3 - As técnicas de caracterização de superfícies – MET, MEV, AFM, e Goniometria – foram efetivas para a obtenção de uma correlação entre a técnica de tratamento superficial e as propriedades das superfícies estudadas.

4 - Quanto à análise quantitativa de rugosidade média (Ra):

Os maiores valores de Ra foram observado nas superfícies do **GRUPO 3** com valor médio de 470nm seguido respectivamente pelo **GRUPO 1** 455nm, **GRUPO 4** 445nm e **GRUPO 2** sendo o mais baixo com 375nm mostrando claramente que o tratamento abrasivo aumenta o Ra e o tratamento erosivo diminui o Ra. Concluindo, por esta análise, que o tratamento abrasivo é o mais indicado para ganho em rugosidade média superficial.

É importante salientar que a análise para determinar o melhor parâmetro para medir a rugosidade observou-se que não houve diferença significativa entre Ra e Rq, porém os parâmetros de rugosidade Rp e Rz mostraram discrepância nos valores quando se montaram gráficos com diferentes tratamentos o que facilita a análise, sendo parâmetros de rugosidade que devem ser adotados para esta análise.

5 - Quanto à análise quantitativa da área efetiva:

Os maiores valores de área efetiva foram observado nas superfícies do **GRUPO 3** com valor médio de 15% de ganho de área seguido respectivamente pelo **GRUPO 3** 8%, **GRUPO 2** 3% e **GRUPO 1** sendo o mais baixo com 2% mostrando claramente que o tratamento abrasivo aumenta a área e o tratamento erosivo diminui a área. Concluindo, por esta análise que o tratamento abrasivo é o mais indicado para ganho de área.

É importante salientar que a análise para determinar a área efetiva das superfícies do **GRUPO 1** houve uma diferença de 2% de uma superfície lisa e que para analisar o ganho de área deve-se subtrair este valor pois todos os tratamentos partem desta superfície.

6 - Quanto à determinação quantitativa dos ângulos de contato (molhabilidade):

Os menores valores de ângulo de contato (maior molhabilidade) foram observado nas superfícies **GRUPO 3** com valor médio de 44° seguido respectivamente pelo **GRUPO 4** 65°, **GRUPO 2** 71° e **GRUPO 1** 74,5° sendo o mais alto.

É importante salientar que a análise com o sangue não houve diferença significativa nos valores de ângulo de contato.

7 - Os tratamentos abrasivos, erosivos e combinados empregados permitiram a obtenção de superfícies significativamente distintas com diferentes propriedades físicas, morfológicas e energéticas;

8 - Analisando todos os resultados em conjunto, as melhores condições foram obtidas para as superfícies **GRUPO 3** jateadas. Estas condições apresentaram um aumento de valores distintos de  $R_a$ , aumento de área superficial efetiva e aumento dos valores de ângulo de contato.



## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Outras situações podem ser analisadas, ficando como propostas para trabalhos futuros, tais como:

análise estereoscópica das microtopografias destas superfícies;

tratamentos abrasivos superficiais com outros materiais de jateamento entre eles NaCl, HA;

tratamentos químicos superficiais com outras soluções ácidas / básicas;

associação de tratamentos térmicos aos tratamentos superficiais subtrativos;

análise de comportamento biológico e implantação em cobaias.

obtenção de outros parâmetros de rugosidade, além da rugosidade média ( $R_a$ ).