

Rugosidade e molhabilidade do titânio usado em implantes dentários com superfícies tratadas

Roughness and wettability of titanium for treated dental implant surface

Murilo Pereira Coutinho

Mestre em Ciência dos Materiais pelo Instituto Militar de Engenharia (IME)

Carlos Nelson Elias

Doutor em Ciência dos Materiais pelo IME
Professor do IME

Resumo

Para a análise da biocompatibilidade e da osseo-integração dos implantes dentários são necessárias informações quantitativas da energia livre, rugosidade e composição química da superfície dos implantes. Tais propriedades influenciam na atração, repulsão e interações das proteínas e das células com a superfície do biomaterial. Uma das formas de obter informações da energia livre superficial dos sólidos é por meio da medição do ângulo de contato. No presente trabalho, determinou-se o ângulo de contato e a rugosidade de amostras de titânio polidas, submetidas ao ataque ácido, anodizadas e tratadas com soluções contendo fluoretos. Os resultados mostraram que pequenas variações na rugosidade modificam a molhabilidade. A superfície anodizada apresenta maior molhabilidade e existe a tendência de a molhabilidade aumentar com a diminuição da rugosidade das superfícies tratadas.

Palavras-chave: molhabilidade; ângulo de contato; rugosidade.

Abstract

For the analysis of dental implant biocompatibility and osseointegration, it is important to know the titanium superficial free energy, roughness and chemical composition. These parameters change the attraction, repulsion and interactions that occur among the surface of the biomaterial and cells. The most used procedure to get information of the superficial free energy of solids is by the measurement of the contact angle. The aim of the present work is to measure the contact angle and roughness of titanium samples which were polished, acid etched, anodized and treated with fluoride. The results showed that the anodized sample present the highest wettability.

Keywords: wettability; contact angle; roughness.

Agradecimentos

Ao apoio financeiro do CNPq processo 300216/94-7, 452834/03-1, 50016/052003 e 472449/2004-4 e Faperj processo: E-26/151.970/2004. À Conexão Sistemas de Prótese pelo fornecimento das amostras.

Introdução

Muitos estudos têm enfatizado o emprego do titânio e suas ligas na Implantodontia e os resultados obtidos comprovam a eficácia no que tange à sua biocompatibilidade (1, 2, 3). Entretanto, ainda pairam dúvidas no que diz respeito às propriedades ideais das superfícies dos implantes de titânio para se obter a biofixação adequada. Sabe-se que diversos fatores influenciam na osseointegração do titânio, principalmente as propriedades da superfície, destacando-se as químicas (composição, presença de impurezas), mecânicas (encruamento e tensão residual) e físicas (molhabilidade, energia). Qualquer implante em contato com os líquidos sofre modificações das propriedades da superfície, devido às interações com as moléculas e células. A adsorção das moléculas é um processo dinâmico e a superfície deve ter propriedades para garantir a resposta adequada dos tecidos hospedeiros.

BAIER & MEYER (3) relacionaram a tensão superficial crítica dos implantes com a biocompatibilidade. Segundo estes autores, materiais com alta energia livre superficial adsorvem mais facilmente macromoléculas, desenvolvem maior número de sítios favoráveis para ocorrer a ligação e formam camadas favoráveis para a ligação das células. A regra geral é que materiais com tensão superficial entre 20 e 30 dinas/cm² exibem baixa bioadesão e os materiais com valores de tensão superficial superiores a esta faixa apresentam melhores resultados quanto à osseointegração. No entanto, a variação da rugosidade e da composição química da superfície pode modificar a influência do nível de energia superficial na biocompatibilidade.

O valor do ângulo de contato dos líquidos com a superfície do sólido é utilizado para caracterizar a energia da superfície ou capacidade do líquido molhar o sólido. Na situação de equilíbrio, a relação entre as tensões superficiais do líquido com o ar (σ_a), a tensão na interface do sólido com o líquido (σ_{sl}) e a tensão superficial sólido-ar (σ_{sa}) são correlacionadas pela equação proposta por Young:

$$\gamma_{sa} = \gamma_{sl} + \gamma_{La} \cos\theta$$

Nesta equação, a energia da superfície é o parâmetro empregado para quantificar a molhabilidade, o qual influencia nas interações biológicas. Infelizmente, γ_{sa} não pode ser diretamente calculado uma vez que existem dois termos desconhecidos e

difíceis de serem quantificados, γ_{sl} e γ_{sa} . O valor de θ na equação representa a capacidade do líquido molhar a superfície do sólido.

NICOLAIEWSKY (8) investigou a influência do tratamento da superfície na molhabilidade de placas metálicas e cerâmicas, lisas e texturadas, planas e corrugadas, empregadas em colunas de destilação. Para tanto, utilizou líquidos com propriedades físicas diversas, a fim de que os efeitos da tensão superficial e da viscosidade pudessem ser analisados. O autor verificou que quanto maior a rugosidade, melhor a molhabilidade.

No presente trabalho mediu-se a rugosidade e o ângulo de contato de amostras de titânio comercialmente puro submetidas ao polimento, tratamento da superfície semelhante aos implantes comerciais (tratamentos com ataque ácido e anodização) e imersas em solução contendo fluoreto. A molhabilidade da superfície das amostras de titânio foram determinadas usando água, NaCl e sangue. Os resultados demonstram que os tratamentos superficiais dos implantes são benéficos em relação à molhabilidade, o que pode justificar uma das causas que melhora o desempenho dos implantes com superfície tratada em relação aos sem tratamento.

Material e Método

No presente trabalho foram empregados discos de titânio comercialmente puro (Ti cp) ASTM grau 2 (Norma ASMT F67-95). Os discos de Ti foram fornecidos como usinados pela empresa Conexão Sistema de Prótese (Arujá, SP) e submetidos aos tratamentos:

a) polimento mecânico: superfí-

cie encontrada nos componentes protéticos dos implantes dentários;

b) ataque com ácidos: superfície semelhante a dos implantes comerciais Master Porous[®] da empresa Conexão;

c) anodização em meio contendo Ca e P: superfície semelhante a dos implantes comerciais Master Vulcano Active[®] da empresa Conexão;

d) imersão em solução contendo fluoretos: superfície experimental.

Após os tratamentos superficiais, as amostras foram submetidas à esterilização com radiação de Co com intensidade de 25 kGy e caracterizadas quanto: a) molhabilidade (ângulo de contato); b) rugosidade e c) morfologia da superfície.

A molhabilidade foi quantificada pela medida do ângulo de contato com água destilada, NaCl e sangue humano. Neste trabalho foi empregado o goniômetro FTA100 (First Ten Angstroms, Portsmouth, VA, USA). Quanto menor o ângulo de contato, maior a molhabilidade. A redução do ângulo de contato indica que a superfície é mais hidrofílica.

Os parâmetros da rugosidade foram determinados com o auxílio do rugosímetro a Laser (Makr-GmbH-Brauweg-38-Göttingen, Alemanha). Este instrumento permite determinar os parâmetros de rugosidade da superfície com resolução em escala micrométrica. Mediu-se os parâmetros de rugosidade lineares (Ra, Rq, Rz, Rmax, Rp e Rv) e de superfície (Ap e Av).

A rugosidade média Ra é o valor médio aritmético de todos os desvios do perfil de rugosidade da linha média no compri-

mento de medição. Ra indica a média da variação dos picos e vales em relação à linha média imaginária do perfil da superfície. A rugosidade Rq é o valor médio quadrático dos desvios do perfil de rugosidade. O valor Rz é o valor médio da rugosidade unitária obtida em cinco comprimentos de medição. Rmax é o maior valor de rugosidade obtido na avaliação de cinco comprimentos. Ap e Av representam a área dos picos e vales, respectivamente.

A morfologia da superfície foi caracterizada no MEV (JEOL LSM5800).

Resultados e Discussão

Mostra-se na tabela I a média e o desvio padrão do ângulo de contato dos diferentes líquidos com as amostras dos grupos analisados.

Analisando-se as médias dos valores do ângulo de contato mostrados na tabela I, pode-se observar que as amostras polidas apresentaram a superfície com características mais hidrofóbica que as dos demais grupos. Não se observou diferença estatisticamente significativa entre as amostras com a superfície tratada com ácido e as tratadas com fluoretos. O ângulo de contato entre a polida, anodizada, atacada com ácido e tratada com fluoretos foram significativamente diferentes. A superfície anodizada apresentou melhores propriedades hidrofílicas.

Existe uma tendência na diminuição do ângulo de contato à medida que a tensão superficial do líquido reduz, o que pode ser verificado claramente na tabela 1, cada líquido apresenta diferente molhabilidade. De acordo com LIM & OSHIDA (7), o ângulo de contato está relacionado à

composição química e à geometria da superfície, ou seja, é importante considerar as propriedades físico-químicas da superfície para se analisar a molhabilidade. No presente trabalho, a superfície anodizada possui na superfície óxido de titânio enriquecido com Ca e P e as demais superfícies possuem apenas o óxido de Ti. NICOLAIEWSKY (8) constatou que quanto mais ativa a superfície, melhor a molhabilidade em relação aos líquidos. Os resultados da tabela I indicam que a superfície polida possui baixa tensão superficial em relação às amostras tratadas, justificando assim o comportamento da pouca molhabilidade e menor capacidade de osseointegração.

A determinação experimental do ângulo de contato requer cuidados especiais em relação ao manuseio das amostras, particularmente para as de alta energia superficial. Nos ensaios é aconselhável realizar simultaneamente todas as medidas do ângulo de contato das amostras. Pequenas alterações na metodologia, durante a preparação das amostras, alteração no procedimento adotado para medir o ângulo de contato ou mudanças das características dos líquidos podem levar a valores diferentes do ângulo de contato. Apesar dos valores obtidos no presente trabalho (Tabela I) serem diferentes dos obtidos em trabalhos anteriores (5, 6), a tendência no comportamento das superfícies é equivalente.

Mostra-se na tabela II os valores dos parâmetros da rugosidade medidos. Segundo WENNERBERG (9), mesmo quando os implantes apresentam valores de rugosidade Ra semelhantes, pode-se obter resultados de osseointegração diferentes.

Logo, fica clara a necessidade da avaliação em separado dos vários parâmetros da rugosidade, após o tratamento da superfície. O procedimento adotado no presente trabalho permite a identificação das características da rugosidade linear e da topografia da superfície que alteram a interação das células com os biomateriais.

Com base na análise estatística (teste t), pode-se observar que não houve diferença significativa entre as médias dos parâmetros de rugosidade entre os grupos Ataque Ácido e Fluoreto. Entretanto, verificou-se diferença estatística entre os demais grupos.

Comparando-se os dados das tabelas 1 e 2 do presente trabalho, observa-se que a diferença tanto na rugosidade como na molhabilidade é desprezível entre as superfícies tratadas com ácido e com fluoreto.

Comparando-se o valor de Ra e o ângulo de contato, conclui-se que os ângulos de contato foram influenciados por Ra nos grupos de amostras com superfície anodizadas, ataque ácido e fluoreto. Apesar da pequena diferença entre Ra dos grupos, a molhabilidade apresentou a tendência de reduzir com o aumento de Ra. Outras irregularidades da topografia de superfície e possíveis alterações na energia de superfície também modificam a molhabilidade (3). Segundo BAIER (3), a energia de superfície altera os mecanismos de interação entre as células e o implante. Diante disso, conclui-se que para um melhor entendimento das propriedades funcionais da superfície é necessário avaliar outros parâmetros além de Ra.

Entre todos os parâmetros relacionados à rugosidade mostrados na tabela II, os valores das áreas dos picos (Ap) e dos vales (Av) foram os que apresentaram a maior diferença. Na clínica, o implante que possui osseointegração mais rápida é o implante com a superfície anodizada (Vulcano Actives®), seguido pelo tratado com ácido (Master Porous®). Os valores de Ap e Av crescem na mesma ordem. A superfície com fluoreto não é comercial mas, possivelmente, com base nos valores de Ap e Av, esta superfície deve apresentar osseointegração ligeiramente superior a do implante tratado com ácido.

LIM & OSHIDA (7) observaram que existe relação entre a molhabilidade e o parâmetro de rugosidade Ra. Com bases nas observações de LIM & OSHIDA (7), procurou-se identificar a existência de correlação entre a molhabilidade e Ra.

Mostra-se na figura 1 a variação do ângulo de contato com a rugosidade Ra. É possível observar que apesar de não existir variação significativa na rugosidade, o ângulo de contato diminui quando a amostra é imersa em NaF e a apresenta grande diminuição após anodização. Este resultado mostra que apesar de não ter sido identificada diferença estatística significativa dos parâmetros da rugosidade, exceto Ap e Av, após o tratamento de superfície a molhabilidade apresenta alteração. Este resultado corrobora as observações clínicas em que as resposta biológica da superfície anodizada é mais rápida. Do ponto de vista "in vitro", as respostas das células e dos tecidos são afetadas pela topografia, geometria macroscópica e características microscópicas

(7). No presente trabalho, observou-se que quando a diferença de rugosidade entre as superfícies é desprezível predomina a influência das propriedades físicas (molhabilidade). Havendo redução do ângulo de contato (anodizado) a interação das células com a superfície é maior (osseointegração mais rápida).

De acordo com ELIAS (5, 6), a avaliação isolada da rugosidade de um implante não é o parâmetro ideal para sua caracterização, pois superfícies com valores semelhantes de Ra podem apresentar morfologias diferenciadas. Portanto, além da rugosidade Ra devem-se considerar outras características morfológicas da superfície do biomaterial. Levando em consideração esta citação, na análise da morfologia da superfície das amostras, observou-se que além da rugosidade, existem diferenças significativas entre as morfologias das superfícies das amostras dos diferentes grupos. As amostras tratadas com ácido e as amostras imersas em fluoreto apresentam pequenos poros devido ao ataque da solução química (8). As amostras anodizadas apresentam saliências na forma de vulcões. Esta diferença na morfologia também influencia na molhabilidade.

Tabela I. Valor médio e desvio padrão do ângulo de contato das amostras

	Água destilada	NaCl	Sangue
Polida	94,70 ± 4,37	97,6 ± 6,92	103,38 ± 12,16
Atq. ácido	66,31 ± 8,31	73,0 ± 10,16	89,00 ± 17,32
Anodizada	5,61 ± 1,84	15,59 ± 5,63	25,82 ± 4,15
Fluoreto	64,97 ± 8,67	75,80 ± 9,45	85,82 ± 10,15

Tabela II. Valores dos parâmetros de rugosidade das amostras (μm)

	Ra	Rq	Rz	Rmax	Ap (μm^2)	Av (μm^2)
Polida	0,22 ± 0,06	0,30 ± 0,08	0,22 ± 0,09	2,27 ± 0,41	26,35 ± 2,16	21,17 ± 4,31
Atq. ácido	0,61 ± 0,37	0,77 ± 0,40	4,31 ± 0,29	5,15 ± 0,34	64,75 ± 7,35	103,86 ± 14,80
Anodizada	0,55 ± 0,06	0,70 ± 0,08	3,75 ± 0,46	4,41 ± 0,66	97,67 ± 11,43	215,37 ± 11,67
Fluoreto	0,57 ± 0,04	0,74 ± 0,05	3,99 ± 0,30	4,77 ± 0,31	62,33 ± 6,15	110,34 ± 12,21

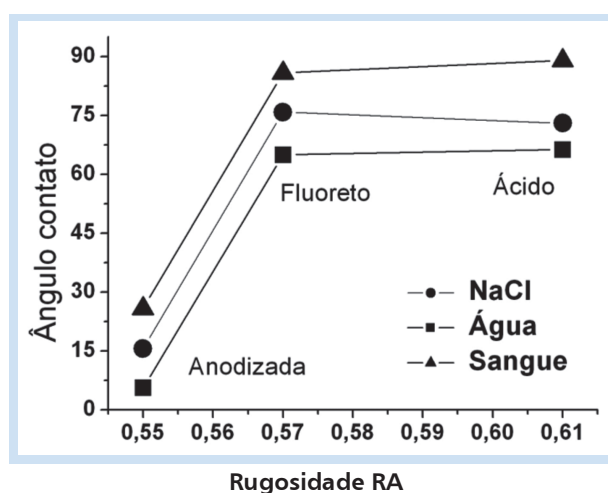


Figura 1. Variação do ângulo de contato com a rugosidade Ra (μm)

Conclusão

Com base nos resultados é possível concluir:

- a) não houve diferença significativa entre as médias dos parâmetros de rugosidade Ra, Rq, Rz, Rt Rmax, Ap e Av entre as amostras com superfície com ataque ácido e tratada com fluoretos, havendo diferença destas superfícies em relação às polidas e anodizadas;
- b) não foi observada diferença estatística na molhabilidade entre as amostras tratadas com ácido e fluoretos;
- c) as amostras anodizadas apresentaram molhabilidade significativamente superior às demais;
- d) entre as amostras com as superfícies tratadas, observou-se a tendência da redução da molhabilidade com o aumento da rugosidade.

Referências Bibliográficas

1. ALBREKTSSON, T., WENNERBERG, A. Oral implant surfaces: Pat 1 - review focusing on topographic and chemical properties of different surfaces and in vivo responses to them. *International Journal of Prosthodont.*, v. 17, p. 536-43, 2004.
2. ALBREKTSSON, T., WENNERBERG, A. Oral implant surfaces: Pat 2 - review focusing on clinical knowledge of different surface. *Int. Prosthodont.*, v. 17, p. 544-64, 2004.
3. BAIER, R. E., MEYER, A. E. Implant surface preparation. *International Journal of Maxillofacial Implant*, v. 3, n. 1, p. 9-20, 1988.
4. BRANEMARK, P. I. An introduction to osseointegration. In: BRANEMARK, P. I., ZARB, G., ALBREKTSSON, T. *Osseointegration in clinical dentistry*. Chicago: Quintessence, 1985, p. 11-53.
5. ELIAS, C. N., BUSQUIM, T., LIMA, J. H. C. et al. Caracterização e torque de remoção de implantes dentários com superfície bioativa. *RBO*, v. 65, p. 273-9, 2008.
6. ELIAS, C. N., OSHIDA, Y., LIMA, J. H. C. et al. Relationship between surface properties (roughness, wettability and morphology) of titanium and dental implant removal torque. *Journal of Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 1, p. 234-42, 2008.
7. LIM, Y. J., OSHIDA, Y. Initial contact angle measurements on variously treated dental/medical titanium materials. *Biomedical materials and engineering*, p.1-17, 2001.
8. NICOLAIEWSKY, F. *Escoamento de Líquido e Geração de Área Superficial em Recheios Estruturados*, 1999. Tese (doutorado) - Escola de Química/UFRJ.
- WENNERBERG, A. *On surface roughness and implant incorporation*. 1996. Ph.D. Thesis, Department of Biomaterials, Gotenberg University, Sweden.

Recebido em: 06/03/2009
Aprovado em: 09/04/2009

Carlos Nelson Elias
Laboratório de Biomateriais do Instituto Militar de Engenharia
Praça Gen. Tibúrcio, 80 - Urca
Rio de Janeiro/RJ, Brasil - CEP: 22290-160
E-mail: elias@ime.br