

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**Ticp E LIGA Ti-13Nb-13Zr COM DIFERENTES TRATAMENTOS DE
SUPERFÍCIE-TESTES *IN VITRO* E *IN VIVO***

Carola Gomez Ágreda

**Tese como parte dos requisitos
para obtenção do Grau de Doutor
em Ciências na área de Tecnologia
Nuclear-Materiais.**

**Orientadora: Dra. Ana Helena de
Almeida Bressiani**

Versão Corrigida
Versão Original disponível no IPEN

São Paulo

2013

DEDICATÓRIA

**Ao meu querido Diego (amigo, companheiro e marido)
que me apoia, incentiva e conforta em todos
os momentos na trajetória de nossas vidas.**

AGRADECIMENTOS

Ao programa de Pós-graduação do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela concessão da bolsa de doutorado e ao INCT- BIOFABRIS pela concessão de verba que auxiliou esta pesquisa.

À minha orientadora Profa Dra. Ana Helena de Almeida Bressiani pela confiança, incentivo e ensinamentos valiosos durante toda esta jornada. Tive o privilégio de ser sua aluna e tenho profunda admiração e respeito pela pessoa e grande pesquisadora em que me espelho como exemplo a ser seguido.

Ao Dr. Marcelo Yoshimoto e a Dra Eliana Rigo pelas considerações em meu exame de qualificação, importantes para o norteamto deste trabalho.

À Dra Christiane Ribeiro, sempre atenciosa e prestativa, esclarecendo dúvidas e proporcionando ensinamentos na prática laboratorial.

À Dra Tamiye Simone Goia, amiga e colega profissional, tanto na prática da Odontologia quanto na pesquisa. Agradeço todo o apoio, parceria e amizade.

Ao amigo e colega Msc Kalan Violin, pela parceria na pesquisa, convívio e amizade.

À Dra Vânia Trombini pela ajuda e ensinamentos, presteza e amizade.

Ao Dr. Antônio Carlos da Silva pelas análises de DRIFT e cordialidade.

Aos profissionais do CCTM Celso, Nildemar, Rene, Glauson, Flávia, Pedro por toda a colaboração e dedicação nas análises necessárias para este trabalho.

À Dra Karolina Tonello pelo convívio agradável, amizade e sempre solícita.

Agradecimentos

Aos amigos e colegas do IPEN: Marcos, Rodrigo, Márcio, Nara, Roberta, Thais, Heveline pela cordialidade e presteza.

Aos meus pais, Victor e Hilda e ao meu irmão Victor, pelo incentivo e compreensão.

A todos que contribuíram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho.

Ticp E LIGA Ti-13Nb-13Zr COM DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE-TESTES *IN VITRO* E *IN VIVO*

Carola Gomez Ágreda

RESUMO

O titânio e suas ligas são biomateriais metálicos extensamente utilizados em aplicações médicas e odontológicas, apesar de não formarem ligação química com o osso circundante. Por isto é desejável técnicas que proporcionem a bioatividade na superfície desses metais. A proposta deste estudo foi avaliar e comparar, por testes *in vitro* e *in vivo* o comportamento de Ticp e da liga Ti-13Nb-13Zr utilizando diferentes tratamentos de superfície frente à formação do recobrimento biomimético e ao processo de osteointegração. Foram utilizadas placas comerciais de Ti e amostras da liga e de Ticp, obtidas por M/P. As amostras foram submetidas a quatro diferentes tratamentos de superfície (padrão - tratamento alcalino; 1º- tratamento alcalino e térmico; 2º- tratamento ácido e alcalino; 3º- tratamento alcalino, CaCl₂, térmico e água quente), analisadas quanto à formação de apatita em SBF em períodos de 1 a 21 dias. Os recobrimentos obtidos foram caracterizado por MEV e DRIFT. Para a avaliação *in vivo* dos implantes, obtidos por M/P, de Ticp e da liga, com e sem tratamentos superficiais, foram utilizados coelhos adultos machos. A avaliação teve duração de 7 semanas em que foram aplicados marcadores celulares ósseos em tempos e sequência específicos do pós-operatório. Na avaliação *in vitro*, os recobrimentos de maior espessura foram nas amostras obtidas por M/P, comparativamente à amostra laminada. Todos os tratamentos foram efetivos na promoção da bioatividade. O 2º tratamento obteve recobrimento com maior espessura nos períodos avaliados para todas as superfícies. Na avaliação *in vivo*, ocorreu crescimento ósseo com osteointegração em todos os implantes com e sem tratamentos superficiais. O crescimento ósseo na interface osso/implante ocorreu de forma contínua em todo o período de reparação para o Ticp, o Ticp com tratamento padrão, o Ticp com o 2º tratamento e a liga com o 1º tratamento; e ocorreu de forma mais intensa no primeiro e terceiro período de reparação para os demais implantes. Os resultados dos testes *in vitro* e *in vivo* não são passíveis de analogia direta neste estudo, pois forneceram informações importantes sobre a formação, morfologia e taxa de aposição do recobrimento aos diferentes tratamentos de superfície e a efetividade da osteointegração destes tratamentos de superfície em modelo animal.

**Ticp AND Ti-13Nb-13Zr ALLOY WITH DIFFERENT SURFACE TREATMENTS –
IN VITRO AND IN VIVO TESTS****Carola Gomez Ágreda****ABSTRACT**

Titanium and its alloys are widely used metallic biomaterials in medical and dental applications for patient rehabilitation. However, these materials cannot bond with surrounding bone. For this reason, it is desirable to provide a bone-bonding ability for metallic surface. The aim of this study was to evaluate and compare *in vitro* and *in vivo* tests of Ti and Ti-13Nb-13Zr alloy subjected to different surface treatments. Laminate titanium plates and Ti and alloy Ti samples obtained by powder metallurgy were used in this study. The samples were subjected to four different surface treatments (pattern- alkali treatment; 1°- alkali and heat treatments; 2°- acid and alkali treatments; 3°- alkali, CaCl₂, heat and hot water treatments) and evaluated for apatite coating in SBF for periods of 1 to 21 days. The coated specimens were analyzed by SEM (surface and cross section) and DRIFT. For *in vivo* evaluation of osseointegration were used Ticp and alloy implants obtained by powder metallurgy with and without surface treatments in male adult rabbits. The evaluation was 7 weeks which were applied bone cell markers at selected times. *In vitro* evaluation, surfaces obtained by powder metallurgy had a coating of greater thickness when compared to the laminate surface. All treatments were effective in promoting the bioactivity. The 2nd treatment provided coating thicker in the evaluation periods for all surfaces. The osseointegration occurred in all implants with and without surface treatments. However, growth in the bone/ implant interface was continued all over repair period for Ticp, Ticp with pattern treatment, Ticp with 2nd treatment and alloy with 1st treatment. Bone growth in interface occurred more intensely for first and third period to repair for remaining implants. *In vitro* and *in vivo* tests are not liable to direct analogy in this study because provided important information on the formation, morphology and apposition rate of coating on different surface treatments and the effectiveness of osseointegration in animal model.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Representação esquemática da estrutura de um osso longo	11
Figura 2: Representação esquemática dos eventos biológicos decorrentes da implantação de um biomaterial metálico	13
Figura 3: Representação esquemática dos eventos químicos e celulares na superfície do titânio após sua implantação no tecido ósseo. Em A: Água liga-se à superfície seguindo-se a incorporação de íons hidratados, B: Adsorção de proteínas, C: depois de diferenciação, osteoblastos maduros produzem a matriz extracelular (ECM)42.	14
Figura 4: Microestrutura da liga Ti-13Nb-13Zr	19
Figura 5: Representação do parâmetro Rugosidade média (Ra) 65.....	20
Figura 6: Parâmetro Ry67.....	21
Figura 7: Representação esquemática do parâmetro Rz.....	21
Figura 8: Representação esquemática do metal titânio passivado por TiO ₂ (a), camadas formadas quando o Ti é submetido a ataque ácido(b) e depois exposto à atmosfera oxidante27.....	25
Figura 9: Representação esquemática da superfície de titânio quando submetido a tratamento com solução alcalina de NaOH 75.....	26
Figura 10: Representação esquemática da formação da apatita em titânio tratado com NaOH e submetido ao tratamento térmico	30
Figura 11: Início da formação de apatita após três dias de imersão em SBF 97 ..	31
Figura 12: Micrografia de superfície do titânio (esquerda); secção transversal da camada de apatita formada em SBF após tratamento com solução de NaOH e tratamento térmico 85	31
Figura 13: Micrografias das superfícies do titânio submetidas aos diversos tipos de tratamentos 99.	33
Figura 14: Micrografias das superfícies dos implantes submetidos ao SBF por 1,3 e 7 dias após diferentes tratamentos superficiais 100.	34
Figura 15: Lâminas histológicas relativas às amostras dos três grupos após 3 meses pós-operatório para implantação em músculo de cães, barra de aumento - A,C e E (1mm) e B, D e F (100µm)100.....	35
Figura 16. Representação esquemática do corte histológico.....	46

Figura 17: Exemplo de análise em MEV com EDS para a lâmina histológica com o implante da liga Ti-13Nb-13Zr submetida ao 3° tratamento. Micrografia do implante com o tecido ósseo, imagem obtida com elétrons retroespalhados (a), mapeamento evidenciando os elementos Ti e Ca (b), mapeamento do elemento Ca, em azul (c), mapeamento do elemento Ti, em verde (d).	47
Figura 18: Morfologia do pó de partida (a) e espectro de difração de raios X do pó de titânio hidretado (b).	49
Figura 19: Pó de Ti: MEV mostrando morfologia irregular (a); espectro de difração de raios X, apenas a fase cristalina hexagonal compacta foi observada (b).....	50
Figura 20: Pó de Nb: MEV mostrando a morfologia irregular com partículas pontiagudas (a); espectro de difração de raios X, apenas a fase cristalina cúbica de corpo centrado foi observada (b).	50
Figura 21: Pó do Zr: MEV mostrando a morfologia arredondada e uniforme (a); espectro de difração de raios X, apenas a fase cristalina hexagonal compacta foi observada (b).....	50
Figura 22: Micrografia óptica (a) e DRX do Ticp (b) de amostras obtidas por M/P.	51
Figura 23: MEV de amostra polida e atacada por solução de Kroll da liga (a) e DRX evidenciado as fases $Ti\alpha$ e $Ti\beta$ (b).....	52
Figura 24: DRX da placa de comercial laminada de Ti.	52
Figura 25: Aspecto morfológico da amostra de Ticp obtida por M/P (a), da liga (b) e da placa de Ti laminada (c).	53
Figura 26: Micrografias da superfície das amostras condicionadas em tratamento padrão; Ti obtida por M/P (a), (b) e EDS da região (c); liga obtida por M/P (d), (e) e EDS da região (f) e placa laminada (g), (h) e EDS da região (i).	54
Figura 27: Micrografias da superfície de amostras condicionadas pelo primeiro tratamento (1T); Ti obtida por M/P (a), (b) e EDS da região (c); liga obtida por M/P (d), (e) e EDS da região (f) e placa laminada (g), (h) e EDS da região (i). ..	56
Figura 28: Micrografias da superfície de amostras condicionadas pelo segundo tratamento (2T); Ti obtida por M/P (a), (b) e EDS da região (c); liga obtida por M/P (d), e EDS da região (e) e placa laminada (f) e EDS da região (g).....	57
Figura 29: Micrografias da superfície de amostras condicionadas pelo terceiro tratamento (3T); Ti obtida por M/P (a), (b) e EDS da região (c); liga obtida por M/P (d), e EDS da região (e) e placa laminada (f) e EDS da região (g).....	58

- Figura 30: Gráfico com os valores de rugosidade, parâmetros Ra e Ry nos três tipos de amostras (Ticp e liga obtidas por M/P e placa de Ticp laminada) antes e após os tratamentos de superfície.61
- Figura 31: Micrografias das amostras de Ticp processadas por M/P após segundo tratamento e imersão em SBF por 6 dias e EDS com a presença dos elementos sódio e cloro (A) e (B), os picos não identificados no espectro de EDS correspondem ao elemento Au do recobrimento para observação em MEV.63
- Figura 32: Aspecto morfológico do recobrimento após 1 dia em SBF nos diferentes tratamentos e tipos de superfície. No tratamento padrão - Ticp obtido por M/P (a), placa laminada de Ti (b) e liga obtida por M/P (c). Para o 1º tratamento - Ticp obtido por M/P (d), placa de Ti laminada (e) e liga obtida por M/P (f). Para o 2º tratamento - Ticp obtido por M/P (g), placa de Ti laminada (h) e liga obtida por M/P (i). Para o 3º tratamento - Ticp obtido por M/P (j), placa de Ti laminada (l) e liga obtida por M/P (m).64
- Figura 33: Aspecto morfológico do recobrimento após 3 dias em SBF nos diferentes tratamentos e tipos de superfície. No tratamento padrão - Ticp obtido por M/P (a), placa de Ti laminada (b) e liga obtida por M/P (c). Para o 1º tratamento - Ticp obtido por M/P (d), placa de Ti laminada (e) e liga obtida por M/P (f). Para o 2º tratamento - Ticp obtido por M/P (g), placa de Ti laminada (h) e liga obtida por M/P (i). Para o 3º tratamento - Ticp obtido por M/P (j), placa de Ti laminada (l) e liga obtida por M/P (m).65
- Figura 34: Aspecto morfológico do recobrimento após 6 dias em SBF nos diferentes tratamentos e tipos de superfície. No tratamento padrão - Ticp obtido por M/P (a), placa de Ti laminada (b) e liga obtida por M/P (c). Para o 1º tratamento - Ticp obtido por M/P (d), placa de Ti laminada (e) e liga obtida por M/P (f). Para o 2º tratamento - Ticp obtido por M/P (g), placa de Ti laminada (h) e liga obtida por M/P (i). Para o 3º tratamento - Ticp obtido por M/P (j), placa de Ti laminada (l) e liga obtida por M/P (m).66
- Figura 35: Aspecto morfológico do recobrimento após 9 dias em SBF nos diferentes tratamentos e tipos de superfície. No tratamento padrão - Ticp obtido por M/P (a), placa de Ti laminada (b) e liga obtida por M/P (c). Para o 1º tratamento - Ticp obtido por M/P (d), placa de Ti laminada (e) e liga obtida por M/P (f). Para o 2º tratamento - Ticp obtido por M/P (g), placa de Ti laminada (h) e

liga obtida por M/P (i). Para o 3° tratamento - Ticp obtido por M/P (j), placa de Ti laminada (l) e liga obtida por M/P (m).	67
Figura 36: Aspecto morfológico do recobrimento após 15 dias em SBF nos diferentes tratamentos e tipos de superfície. No tratamento padrão - Ticp obtido por M/P (a), placa de Ti laminada (b) e liga obtida por M/P (c). Para o 1° tratamento - Ticp obtido por M/P (d), placa de Ti laminada (e) e liga obtida por M/P (f). Para o 2° tratamento - Ticp obtido por M/P (g), placa de Ti laminada (h) e liga obtida por M/P (i). Para o 3° tratamento - Ticp obtido por M/P (j), placa de Ti laminada (l) e liga obtida por M/P (m).	68
Figura 37: Aspecto morfológico do recobrimento após 21 dias em SBF nos diferentes tratamentos e tipos de superfície. No tratamento padrão - Ticp obtido por M/P (a), placa de Ti laminada (b) e liga obtida por M/P (c). Para o 1° tratamento - Ticp obtido por M/P (d), placa de Ti laminada (e) e liga obtida por M/P (f). Para o 2° tratamento - Ticp obtido por M/P (g), placa de Ti laminada (h) e liga obtida por M/P (i). Para o 3° tratamento - Ticp obtido por M/P (j), placa de Ti laminada (l) e liga obtida por M/P (m).	69
Figura 38: Micrografia referente a morfologia do recobrimento em Ticp obtido por M/P condicionado ao 3° tratamento (3T) e após imersão em SBF por 9 dias (a) EDS da região (b).	70
Figura 39: Gráficos de DRIFT para as superfícies de Ticp laminada (a), Ticp (b) e liga(c) obtidas por metalurgia do pó referentes às superfícies com os quatro tratamentos, após a imersão de 1 dia em SBF.	72
Figura 40: Corte transversal evidenciando a camada formada e a análise de EDS da região para amostras submetidas ao 3° tratamento e imersão em SBF por 15 dias; Ticp obtida por M/P (a), placa de Ti laminada (b) e liga obtida por M/P (c).	73
Figura 41: Mensuração da camada biomimética formada (μm), utilizando o programa Image Pro Plus® 6.1, na amostra de Ticp obtido por M/P submetido ao 2° tratamento e imerso em SBF por três dias,	74
Figura 42: Gráfico da espessura da camada biomimética formada nas amostras Ticp e liga obtidas por M/P, e Ti placa laminada quando submetidas ao tratamento padrão, em função do tempo de imersão em SBF.....	75

Gracias por visitar este Libro Electrónico

Puedes leer la versión completa de este libro electrónico en diferentes formatos:

- HTML(Gratis / Disponible a todos los usuarios)
- PDF / TXT(Disponible a miembros V.I.P. Los miembros con una membresía básica pueden acceder hasta 5 libros electrónicos en formato PDF/TXT durante el mes.)
- Epub y Mobipocket (Exclusivos para miembros V.I.P.)

Para descargar este libro completo, tan solo seleccione el formato deseado, abajo:

