EIDER GUIMARÃES BASTOS Cirurgião-Dentista

ANÁLISE QUÍMICA, MICROESTRUTURAL E DA INTERFACE IMPLANTE – PILAR INTERMEDIÁRIO DE QUATRO SISTEMAS DE IMPLANTES DENTÁRIOS ENDO - ÓSSEOS

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do título de Doutor em Clínica Odontológica: Área de Cirurgia.

BIBLIOTECANIP SEÇÃO CIRCULANTE

PIRACICABA-SP 2001

200207543

i

EIDER GUIMARÃES BASTOS Cirurgião-Dentista

ANÁLISE QUÍMICA, MICROESTRUTURAL E DA INTERFACE IMPLANTE – PILAR INTERMEDIÁRIO DE QUATRO SISTEMAS DE IMPLANTES DENTÁRIOS ENDO - ÓSSEOS

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do título de Doutor em Clínica Odontológica: Área de Cirurgia.

Orientador: Prof. Dr. José Ricardo de Albergaria Barbosa

Banca Examinadora:

Prof. Dr. José Ricardo de Albergaria Barbosa Prof. Dr. Luis Augusto Passeri

Este exemplar foi devidamente corrigido, IIS BEBRIO EOM a Resolução CCPG-036/83 CPG, <u>LS / ID / 2001</u> Assimiluis do Grientador

Prof. Dr. Renato Mazzonetto

Prof. Dr. Roberto Henrique Barbeiro

Prof. Dr. Walter Leal de Moura

PIRACICABA-SP



CM00163773-6

Ficha Catalográfica

B297a	Bastos, Eider Guimarães. Análise química, microestrutural e da inerface implante – pilar intermediário de quatro sistemas de implantes dentários endo-ósseos. / Eider Guimarães Bastos Piracicaba, SP : [s.n.], 2001. xviii, 113p. : il.
	Orientador : Prof. Dr. José Ricardo de Albergaria Barbosa. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.
	1. Implantes dentários endoósseos. 2. Biocompatibilidade. 3. Implantações dentárias. 4. Microscopia eletrônica de varredura. 5. Titânio. I. Barbosa, José Ricardo de Albergaria. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

t

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marilene Girello CRB/8-6159, da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP.



FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, em sessão pública realizada em 31 de Julho de 2001, considerou o candidato EIDER GUIMARÃES BASTOS aprovado.

1.	Prof.	Dr.	JOSE RICARDO DE ALBERGARIA BARBOSA
2.	Prof.	Dr.	ROBERTO HENRIQUE BARBEIRO
3.	Prof.	Dr.	WALTER LEAL DE MOURA
4.	Prof.	Dr.	RENATO MAZZONETTO
5.	Prof.	Dr.	LUIS AUGUSTO PASSERI

DEDICATÓRIA

A **Deus**, pela vida, saúde, força e coragem em persistir nos objetivos a que me propus realizar.

Aos meus pais, Francisco de Assis e Maria Lindalva (*in memorian*), pela educação, respeito, dignidade e união proporcionados aos seus filhos.

À todos os meus irmãos, Ana, Francy, Alberto, Assis Filho e Mary, pela força da nossa união, mostrando sempre que não existe distância onde existe amor.

À minha esposa Ana Claudia, sempre presente em todos os momentos ao meu lado. Exemplo de amor, dedicação, sinceridade e companheirismo.

Aos meus cunhados e cunhadas, **Anapolino e Benedito, Ademildes** e Mara, por se mostrarem sempre unidos a nossa família, como verdadeiros irmãos.

À todos os **meus sobrinhos**, por proporcionarem sempre momentos de alegria dentro da nossa família.

À minha sogra e mãe Ilza e todas suas filhas: Carminha, Helena, Graça e Argentina, pelo apoio e confiança na minha pessoa.

vii

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Maranhão, juntamente com a Faculdade de Odontologia de Piracicaba -Unicamp por me proporcionarem a realização desse curso.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro concedido para a realização desse estudo.

Às empresas Sterngold Implamed Dental Implant Systems do Brasil Ltda., Conexão – Sistema de Próteses, INP – Sistema Nacional de Implantes e Próteses e ASThecnology, pelas amostras cedidas para análise nesse estudo.

À Coordenadora Geral de Pós-Graduação **Prof. Dra. Altair Antoninha Del Bel Cury** pela competência na condução dos cursos desta instituição. Ao **Prof. Dr. José Ricardo de Albergaria Barbosa** pela orientação, compreensão e amizade contribuídas para a realização desse trabalho.

Ao **Prof. Dr. Luis Augusto Passeri** pela formação, competência, amizade e seriedade transmitidas em seus ensinamentos.

Ao **Prof. Dr. Renato Mazzonetto** pela orientação no mestrado, pela amizade, apoio e compreensão.

Ao **Prof. Dr. Márcio de Moraes** pela amizade, paciência e disponibilidade durante seus ensinamentos.

Ao **Prof. Dr. Roger William Fernandes Moreira** pela amizade, dedicação, companheirismo e contribuição nas correções desse trabalho no exame de qualificação.

Aos Professores Dr. Mauro Antônio de Arruda Nóbilo e Dr. Guilherme Elias Pessanha Henriques pela contribuição nas correções desse trabalho durante o exame de qualificação. Ao **Prof. Paulo Maria Santos Rabêlo e família**, pelo apoio e contribuição na minha formação profissional.

Ao Prof. Dr. Walter Leal de Moura da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Piauí pelo incentivo na realização desse curso.

Aos professores da disciplina de cirurgia da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Maranhão, Josimar Camêlo, Antônio José Duarte Ferreira Júnior e Paulo Maria Santos Rabêlo Júnior, pela nossa união e dedicação prestada a esta instituição.

Aos meus amigos e irmãos de curso Adriano, Alexandre, Alessandro, Aleysson, Cândida, Dinho, Edmur, Fernando, José Flávio, Laureano, Liliane, Luis, Marcelo, Robson, Sandra.

Aos novos alunos do curso André, Gustavo, Júlio, Luciana, Rodrigo, Rubens, Wagner.

A todos os amigos que mesmo distantes me apoiaram.

Às funcionárias **Didi, Maíra, Miriam e Sueli** pela ajuda no atendimento aos pacientes.

Aos funcionários Adriano Luis Martins e Eliene Aparecida Orsini Narvaes Romani pelo auxílio na fase de microscopia eletrônica de varredura.

SUMÁRIO

Capítulos

<u>Páginas</u>

RESUMO	1
ABSTRACT	3
1. INTRODUÇÃO	5
2. REVISÃO DA LITERATURA	11
3. PROPOSIÇÃO	37
4. MATERIAL E MÉTODOS	39
5. RESULTADOS	45
6. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	67
7. CONCLUSÃO	75
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	77
ANEXOS	87

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a composição química, metalográfica, a topografia superficial e a interface de adaptação implantepilar intermediário por meio de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva de quatro sistemas de implantes dentários endoósseos disponíveis no Brasil: Implamed®, Master Screw®, Titanium Fix® e INP®, divididos em grupos 1, 2, 3 e 4. Os resultados obtidos com a análise química mostraram que todos os grupos apresentaram uma estrutura de titânio comercialmente puro de grau 1. A análise metalográfica mostrou que os quatro grupos apresentaram uma estrutura de fase $\alpha + \beta$, com o grupo 1 apresentando menor tamanho de grãos. Os resultados obtidos com a microscopia eletrônica de varredura mostraram melhor acabamento nos grupos 1 e 2, com os grupos 3 e 4 mostrando roscas mais afiladas e irregulares, respectivamente. A análise por meio da microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva mostrou a presença de contaminantes de superfície em todas as amostras. A análise da interface implante-pilar intermediário variou de acordo com o sistema de implante, mas de uma forma geral todos os grupos apresentaram uma boa adaptação entre os componentes. Podemos concluir que de uma forma geral todos os grupos analisados apresentaram bons resultados, valendo ressaltar o bom desempenho dos grupos 1 e 2 nos quesitos de avaliação metalográfica para o tamanho de grãos e acabamento na região das roscas.

Unitermos: Implantes dentários endoósseos, Microscopia eletrônica de varredura, Titânio.

ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate the chemical composition, metallography, the surface topographies and the abutment-implant interface by means of optic microscopy and scanning electron microscopy with energy dispersive spectroscopy of four dental implant systems available in Brazil: Implamed[®], Master Screw[®], Titanium Fix[®] e INP[®], divided in groups 1, 2, 3 e 4. The results obtained by chemical analysis showed that all groups had one typical structure of commercially pure titanium degree 1. The metallography analysis showed the four groups with structutre of $\alpha + \beta$ phase, and the group 1 with smaller grains. The results obtained by scanning electron microscopy showed better finish of the groups 1 and 2, with the groups 3 and 4 showing spirals more fine and irregulars, respective. The analysis by scanning electron microscopy with energy dispersive spectroscopy showed contaminants of the surface on all samples. The evaluation of the abutmentimplant interface varied according to the implant, but all the groups showed good adaptation. We conclude that all the groups showed good results, emphasizing the good performance of the groups 1 and 2 in the metallography analysis to grain size and finish of the spirals.

Uniterms: Endosseous dental implants, Scanning electron microscopy, Titanium.

1. INTRODUÇÃO

O edentulismo parcial ou total resulta em uma deficiência da função do sistema estomatognático, contribuindo também negativamente do ponto de vista estético e psico-social para o ser humano.

Há muito se tem procurado um substituto ideal para essa perda. Em épocas remotas, o homem procurou meios de substituir os dentes perdidos, utilizando materiais homólogos e aloplásticos, incluindo dentes humanos e de animais, osso esculpido, pedaços de marfim e pérolas, objetivando exclusivamente a estética. Outro meio bastante praticado na França e Inglaterra no século XVIII foi o transplante dental homógeno; no entanto o alto índice de fracasso e o risco de transmissão de doenças o levaram à desaprovação (SPIEKERMANN *et al.*, 1995).

A partir dos avanços da bioengenharia juntamente com o surgimento de biomateriais compatíveis biologicamente, como o titânio, e o advento da osseointegração, definida por BRANEMARK *et al.*, em 1969, como uma união direta, estrutural e funcional entre o osso e a superfície do implante em nível de microscopia óptica, tornou-se extremamente viável a reabilitação dos pacientes edêntulos por implantes em forma de raiz, constituindo-se em um dos maiores avanços clínicos no tratamento odontológico.

A introdução aos implantes dentais invariavelmente inclui o titânio como material, com vários deles feitos desse metal na sua forma pura (Ti comercialmente puro) ou liga de titânio. O sucesso a longo prazo desse material requer biocompatibilidade, resistência à corrosão, ao desgaste e à fratura (PARR *et al.*, 1985).

Seguindo a evolução dos implantes dentais de titânio, vários tipos podem ser relacionados de acordo com a literatura, como os agulhados, e os laminados que ganharam notoriedade mundial nos anos 70.

De acordo com ENGLISH,(1990); WORTHINGTON *et al.*, (1994) atualmente os implantes de titânio endósseos em forma de parafuso são predominantes, devido ao elevado número de fracasso dos tipos convencionais (pinos, agulhados e laminados) que caíram em desuso.

O titânio tem sido utilizado ao longo dos anos como material de escolha para os implantes dentais por sua biocompatibilidade e íntima relação com os tecidos. Descoberto há mais de 200 anos, teve sua utilização aumentada com a tecnologia espacial e a osseointegração (CRAWFORD, 1992).

Relatos como os de ADELL *et al.*, 1981, 1985, mostrando o elevado grau de sucesso (maior que 90% e 80% para a mandíbula e maxila respectivamente) com implantes unitários colocados em função por mais de 15 anos, contribuíram para o aumento da credibilidade de uso dos implantes dentais.

Para WORTHINGTON *et al.*, (1994) um implante é considerado osseointegrado quando há uma conexão direta entre o osso vivo e o titânio, e essa fixação pode e deve suportar condições de carga. Esses mesmos autores relatam ainda que à luz de microscopia óptica, não há camada de tecido fibroso envolvendo o implante, pois este está mais próximo de uma raiz anquilosada a uma raiz normal.

O objetivo primordial dos implantes dentários é o restabelecimento funcional. Contudo para que isso ocorra, o implante deve ser capaz de suportar forças oclusais e dissipá-las para o osso adjacente seguindo uma correta orientação e magnitude para que a viabilidade do tecido seja mantida em um estado fisiológico ideal (MAZZONETTO, 1997)

KONONEN *et al.*, 1992 relataram que todo processo de absorção das forças oclusais e dissipação ao osso está na dependência de uma interface osseointegrada que estabilize o implante num período de 3 a 6meses e o permaneça estável por longo tempo.

Dentro das condições de técnicas cirúrgicas adequadas e dos aspectos sadios dos tecidos do hospedeiro, fica claro que condições inerentes ao material de implante determinam o seu sucesso ou insucesso. Estas condições

estão relacionadas ao processo de fabricação do implante e às suas propriedades de superfície como: composição química, microtextura, grau de contaminação, energia de superfície e resistência à corrosão (KASEMO, 1983; KASEMO & LAUSMAA, 1988).

Vários autores afirmam que os aspectos físicos e químicos da superfície são a base para a discussão do grau de biocompatibilidade dos diferentes tipos de implantes, ou seja, essas propriedades são significantemente importantes para a resposta biológica que o material irá desencadear no corpo (KASEMO & LAUSMAA, 1986; KOHN, 1992).

Uma vez que o sucesso dos implantes depende da osseointegração, se a interface entre os mesmos e seu respectivo pilar intermediário não apresentarem uma boa adaptação, pode tornar-se um fator de risco em potencial, já que nessa área pode ocorrer colonização bacteriana, com conseqüente doença periimplantar, levando a um comprometimento na manutenção da osseointegração (STEFLIK *et al.*, 1991; VIDIGAL Jr. *et al.*, 1995).

Vários estudos na literatura avaliando a adaptação da interface implante-pilar intermediário mostram uma grande variação de um sistema para outro. VIDIGAL Jr. *et al.*, (1995) encontraram variações no espaço entre 20µm até 150µm quando avaliaram cinco sistemas de implantes disponíveis no Brasil, concluindo que existe uma grande diferença de manufatura de um sistema para outro.

Diante dos vários fatores relacionados ao sucesso e fracasso dos implantes citados anteriormente, e pela grande quantidade de sistemas comercializados no Brasil, achamos oportuno realizar um estudo da composição química, microestrutural e da adaptação do pilar intermediário de quatro sistemas de implantes disponíveis no mercado Brasileiro.

2. REVISÃO DA LITERATURA

Há vários anos, pensava-se que ao redor dos implantes endósseos formava-se uma cápsula de tecido conjuntivo fibroso, que funcionaria como um pseudo-ligamento periodontal diminuíndo o impacto das forças mastigatórias, porém esta interface considerada pseudoartrose não demonstrou estabilidade ao implante a longo prazo (ALBREKTSSON & SENNERBY, 1990; LISTGARTEN *et al.*, 1991).

Segundo BRÅNEMARK, (1985) o conceito de osseointegração foi baseado na pesquisa de 1952 com estudos microscópicos *in situ* do osso medular em fíbulas de coelhos, contrapondo a ancoragem de tecido fibroso conhecida por não funcionar de forma eficaz quando acompanhada a longo prazo. Esse conceito foi definido como sendo "uma conexão estrutural e funcional entre o osso vivo e a superfície de um implante sob ação de carga ."

Atualmente, a presença de uma camada fibrosa entre o osso e o implante à luz da microscopia óptica, determina uma falha na osseointegração. No entanto ALBREKTSSON em 1983 relata que a verdadeira osseointegração requer que o osso calcificado esteja à 100Å do material de implante, à luz da microscopia eletrônica de varredura.

Para WORTHINGTON et al., (1994) o tecido ósseo está de 1 a 10µm da camada de óxido logo após a implantação, sendo que este espaço diminui para 100Å após seis meses, tornando-se menor que 100Å no período de 1 ano ou mais, constituíndo-se assim em uma interface dinâmica.

A resposta biológica do hospedeiro ao material de implante pode variar desde reações benignas à reações crônicas, dependendo do tipo de material implantado. De acordo com COOK *et al.*, (1993) o material implantado deve ter adequada resistência mecânica, biocompatibilidade e bioestabilidade estrutural nos meios fisiológicos.

Segundo KENT *et al.*, (1990) há 3 tipos básicos de biomateriais para implantes dentais que são os metais e suas ligas, destacando-se o titânio comercialmente puro e ligas de titânio, as cerâmicas e os polímeros. Os implantes de titânio puro ou ligas de titânio-alumínio-vanádio (Ti6Al4V) vêm sendo utilizados com maior frequência, seguidos da hidroxiapatita como cobertura de superfície em alguns tipos de implantes.

O titânio comercialmente puro é listado na tabela periódica com número atômico 22 e peso atômico 47,9. É o nono elemento e o quarto metal mais encontrado na terra, seguido do alumínio, ferro e magnésio, e suas grandes reservas são encontradas no Canadá, Austrália e EUA, sendo a maioria do utilizado proveniente da Austrália, com uma pequena quantidade dos EUA. Do total extraído, uma maior quantidade é convertida em pigmentos de dióxido de titânio (TiO₂) para uso em pintura, e somente 5% a 10% é utilizado em sua forma de metal (BANNON & MILD, 1981). JAARDA (1994) relata que sua composição é de aproximadamente, 99,75% de titânio, 0,05% de ferro, 0,1% de oxigênio, 0,03% de nitrogênio, 0,05% de carbono e 0,012% de hidrogênio.

Juntamente com as ligas de Ti6Al4V, o titânio comercialmente puro possui baixa densidade e alta resistência à corrosão, devido a presenca da camada de óxido que se forma na sua superfície quando em contato com o ar ou flúidos teciduais, criando uma superfície quimicamente não reativa aos tecidos. Possuem ainda uma resistência superior a todos os outros metais com relação a resistência/densidade, embora pouca resistência ao cisalhamento e ao titânio módulo elasticidade desgaste. Ο possui de de um aproximadamente110Mpa, sendo pelo menos 5 vezes maior do que o tecido ósseo. (COOK & DALTON, 1992).

Para COUTINHO, 1980; PORTER & EASTERLIN,1981 o titânio puro possui propriedades nem sempre adequadas a trabalhos que exijam elevada resistência mecânica, sendo por isso utilizado como elemento base para a formação de ligas que apresentam melhores propriedades mecânicas. No entanto, para a confecção de implantes dentais, a sua resistência mecânica é adequada.

PARR *et al.*, (1985) relataram que o titânio sofre transformação cristalográfica a uma temperatura de 882°C passando de uma estrutura hexagonal compacta fechada, chamada de fase (α), a uma estrutura cúbica de corpo concentrado , chamada de fase beta (β), que torna-se estável até o ponto de fusão, em torno de 1660°C. Este tipo de transformação ocorre em muitos materiais, produzindo propriedades significantemente diferentes do seu estado original. O titânio se dissolve em vários outros elementos como: prata, alumínio, arsênio, cobre, ferro, gálio, urânio, vanádio e zinco para formar as ligas.

As ligas de titânio de interesse ao uso em odontologia podem ser classificadas em três formas: alfa, beta e alfa-beta. As mais comumente utilizadas para implantes dentais são as alfa-beta, contendo 6% de alumínio e 4% de vanádio (Ti6Al4V). O alumínio aumenta a resistência e diminui o peso, enquanto o vanádio previne a corrosão nos flúidos teciduais (PARR *et al.*,1985; MEFFERT, 1997).

A interação dos tecidos biológicos, como o osso, com metais inorgânicos promovem uma variedade de reações que vão desde processos altamente reativos pela formação de produtos corrosivos como o aço inoxidável, até reações passivas em metais que possuem uma energia de superfície altamente reativa com o oxigênio formando os óxidos superficiais. A maioria dos metais formam uma camada de óxido quando expostos à atmosfera, no entanto alguns deles não são aproveitáveis a longo prazo como biomaterial, devido a corrosão causar descarga de íons metálicos nos tecidos subjacentes, levando a respostas adversas locais e sistêmicas (STANFORD, 1994).

MEFFERT *et al.*, (1987) afirmaram que no titânio comercialmente puro, a superfície do implante forma e mantém uma camada de óxido, sem aparente falha ou corrosão sob condições fisiológicas.

Segundo WAGNER (1992) quando o titânio é usado como material de implante, forma-se uma camada de óxido de vários nanômetros de espessura que evita o contato direto entre os íons metálicos potencialmente nocivos e o tecido adjacente.

A natureza da camada de óxido na superfície dos implantes de titânio é dependente das condições sobre o qual foi oxidado e do subsequente tratamento dos implantes. Os implantes são fabricados a partir do titânio puro, e durante o processo de manufatura e usinagem o metal é exposto ao ar e se oxida rapidamente. A natureza do óxido de superfície irá depender das condições de fabricação, como pressão e velocidade. Durante os passos subsequentes, que são a limpeza ultrassônica e a esterilização, a superfície do óxido irá se modificar, especialmente durante a esterilização por autoclave,

onde o óxido sofrerá um leve crescimento em elevada temperatura e umidade do ar, além da autoclavagem causar a incorporação de radicais hidroxilas (OH) na superfície do óxido (PARR *et al.*, 1985; BRÅNEMARK, 1985; DOUNDOULAKIS, 1987).

PARR *et al.*, (1985) acreditam ainda que, partindo do princípio de que as condições fisiológicas do corpo permanecem bastante constantes, o comportamento do metal no corpo depende das características da camada de óxido.

Teoricamente o titânio puro pode formar vários óxidos, como: TiO, TiO₂ e Ti₂O₃. Destes o TiO₂ é o mais estável no organismo humano, e pouca reação ocorre entre os flúidos orgânicos e o titânio na presença deste óxido. Com um milisegundo de exposição ao ar, uma camada de óxido de 10Å se formará na superfície de um titânio puro, e com 1 minuto poderá chegar a 100Å. A camada de óxido estabilizará seu crescimento quando atingir a espessura entre 1 a 10 nanômetros, considerando a superfície livre de contaminação (KASEMO, 1983).

A espessura da camada de óxido pode variar de 3 a 5 nm quando diversas técnicas de limpeza e esterilização são utilizadas, embora espessuras de 3 a 25 nm já tenham sido encontradas (KLAUBER *et al.*, 1990; MACCHNEE *et al.*, 1993). Segundo MACCHNEE *et al.*, (1993) à temperaturas abaixo de 370°C a espessura de óxido se mantém constante. Acima dessa temperatura ela tende a aumentar. A estrutura e as propriedades do titânio comercialmente puro permanecem estáveis até 545°C, e a partir daí, com a absorção de oxigênio, o mesmo se torna frágil. Como a esterilização por autoclave, estufa, radiação ultravioleta e descarga incandescente de radiofrequência não ultrapassam os 370°C, a camada de óxido deve se manter com espessura constante. Afirmaram ainda que a espessura ideal dessa camada ainda não foi encontrada, mas parece conveniente utilizar um método de tratamento de superfície que produza uma camada consistente de óxido.

RATNER *et al.*, (1987) relataram que a superfície do implante assume papel fundamental na osseointegração, devido ao fato da camada de óxido influenciar na reação protéica e celular do mesmo, e a presença de contaminantes tem recebido uma atenção especial.

Do ponto de vista clínico o óxido de titânio é considerado estável e inerte, não apresentando quebras sob condições fisiológicas. No entanto ALBREKTSSON & LEKHOLM (1989) afirmaram que a superfície de titânio irá perder essa passividade quando contaminada, e que o óxido mudará sua composição, sendo que a resposta inflamatória resultará em um tecido de granulação, que levará invariavelmente à perda da osseointegração.

Os aspectos físicos e químicos da superfície são básicos no que diz respeito ao grau de compatibilidade biológica dos diferentes tipos de implantes. As propriedades da supefície são de fundamental importância do ponto de vista de resposta biológica que o material irá desencadear no corpo (BAIER *et al.*, 1984; KOHN, 1992; SHAFER *et al.*,1995).

ALBREKTSSON *et al.*, (1987) relataram que análises da superfície do implante devem ser realizadas para que duas exigências possam ser garantidas: os materiais de implante não possam afetar adversamente os tecidos locais, sistemas e funções orgânicas; o meio ambiente *in vivo* não possa degradar o implante e comprometer sua função a longo prazo.

Para KASEMO & LAUSMAA (1988) a especificidade do material nas interações entre o implante e o tecido estão relacionadas primariamente às propriedades desse implante, como a composição química, microarquitetura, grau de contaminação, energia de superfície e resistência à corrosão.

A análise da superfície do implante auxilia na caracterização do material, determinação estrutural e mudanças na composição que ocorrem durante o processamento, identificação de reações superficiais induzidas biologicamente e análise dos efeitos do meio ambiente nas interfaces (DUCHEYNE & HEALY, 1988).

BUSER *et al.*, (1991) relatam que as propriedades físicas da superfície do implante influenciam a força de retenção desse implante integrado. Relatam ainda que as superfícies dos implantes podem ser alteradas por deposição (hidroxiapatita ou plasma spray de titânio) ou por tratamento mecânico (jateamento), e que uma superfície que foi submetida ao jateamento terá um nível de contato ósseo significativamente maior do que superfícies de titânio lisas ou polidas, proporcionando maior força retentiva. Porém, segundo KASEMO & LAUSMAA (1988) e VIDIGAL *et* al., (1993) o risco é a presença de contaminantes decorrentes do processo de fabricação ou do jateamento e a possibilidade de corrosão dos mesmos, embora sua ação biológica provavelmente só possa ser avaliada pelo comportamento clínico.

Tanto os implantes com superfície metálica, como os com cobertura de hidroxiapatita tem demonstrado sucesso clínico favorável por vários anos. Porém alguns estudos demonstram que os implantes com cobetura de hidroxiapatita exibem um contato mais rápido e completo entre a superfície do implante e o tecido ósseo, visto tanto em microscopia óptica como eletrônica (De LANGE *et al.*, 1990; COOK *et al.*, 1991; WAGNER, 1992).

Vários autores destacaram que um dos fatores preponderantes para a obtenção do contato direto entre o implante e o osso é o grau de limpeza da superfície, a qual deve ser tratada mecânica e quimicamente para a remoção

de partículas estranhas, como a limalha, lascas metálicas e outros tipos de contaminantes (BRÅNEMARK *et al.*, 1977; KASEMO & LAUSMAA, 1986; EDWARDS & GOLD, 1992).

AMEEN *et al.*, (1993) relataram que a presença de debris contaminantes na superfície do implante irá influenciar as possibilidades biofísicas para a adesão celular. Consideram ainda procedimentos de limpeza de extrema importância para o sucesso.

Conforme BAIER *et al.*, (1982) e BAIER & MEYER, (1988) provavelmente a fonte mais comum de contaminantes orgânicos e inorgânicos, é proveniente dos processos de esterilização, como autoclavagem, gás de óxido de etileno e imersões em soluções esterilizantes a frio, que deixam resíduos na superfície dos implantes. Já o uso de descarga incandescente por radiofrequência como processo de esterilização é muito eficaz, pois além de esterilizar, limpa e ativa a superfície, deixando-a altamente energizada.

CARTER *et al.*, (1981) mediram a energia de superfície de implantes fundidos com uma liga de cromo-cobalto-molibdênio, antes e depois do tratamento com descarga incandescente por radiofrequência, e observaram aumento significativo na energia de superfície com o tratamento, indicando maior potencial de adesão celular que poderia favorecer o processo de biocompatibilidade do material. Já BAIER *et al.*, (1982) estudaram o efeito da esterilização em autoclave em placas de germânio e liga de cromo-cobaltomolibdênio, e observaram que o processo comprometia a superfície destes materiais com a deposição de sais, além de uma camada orgânica hidrofóbica.

A composição química e a energia de superfície de cinqüenta discos de titânio foram avaliadas após passarem pelo mesmo processo de limpeza, antes e depois de 5 métodos de esterilização diferentes. Após a esterilização por calor em perólas de vidro foram encontradas partículas contendo silício, cálcio e enxofre, e uma sensível diminuição na energia livre de superfície indicando contaminação orgânica. Para a autoclave encontraram ferro e baixa energia de superfície, também indicando contaminação orgânica. Com o calor seco observaram aderentes orgânicos na superfície, porém sem variação na energia. Os outros dois métodos, radiação ultravioleta e tratamento com radiofrequência mostraram um grande aumento na energia de superfície, além de limpeza da mesma, que se poderia correlacionar com melhor adesão celular e fixação dos implantes (DOUNDOULAKIS, 1987).

HARTMAN *et al.*, (1989) mostraram através de estudo histológico em animais, que diferentes métodos de esterilização dentro de um mesmo sistema de implantes resultaram em respostas ósseas diferentes, provavelmente em função desses métodos produzirem características químicas de superfície variáveis.

CARLSSON *et al.*, (1989) compararam o método de esterilização por radiofrequência com autoclave em implantes que foram colocados na tíbia e fêmur de coelhos. Foram realizados testes de remoção e análise histológica após 6 meses. Os resultados demonstraram que não houveram diferenças qualitativas ou quantitativas entre os implantes avaliados, e segundo esses autores o tratamento convencional de esterilização por autoclavagem é suficiente para proporcionar condições de superfícies que desencadeiam respostas teciduais semelhantes àquelas observadas com tratamento por descarga incandescente de radiofrequência.

Segundo SMITH *et al.*, (1991) os contaminantes de superfície são originários dos processos de fabricação, manuseio e embalagem dos implantes, bem como podem resultar do processo de limpeza e esterilização. Já VIDIGAL *et al.*, (1993) afirmaram após estudo em microscopia eletrônica de varredura, que o método de preparo e limpeza da superfície pode ser responsável por alterações da mesma em diferentes sistemas de implantes, bem como pela presença de contaminantes de diferentes origens.

De acordo com KASEMO & LAUSMAA (1988) uma superfície é considerada perfeitamente limpa do ponto de vista químico, quando o volume do material está presente em toda a sua extensão, sem que haja mudança na sua composição e sem a presença de corpos estranhos aderidos à ela. Contudo qualquer material de implante terá algum grau de contaminação, devido às ligações insaturadas existentes nessas superfícies limpas, e que são saturadas pela adesão de moléculas do meio ambiente, como as impurezas do ar e contaminantes grosseiros de partículas de pó, impressões digitais etc. Ainda KASEMO & LAUSMAA (1988) após um minuto de exposição ao ar, a maioria das ligações insaturadas tornam-se saturadas com camada de moléculas aderidas à superfície, e com o tempo dependendo da natureza química da camada inicial, moléculas adicionais podem se aderir e construir multicamadas de contaminantes.

Uma superfície perfeitamente limpa, com suas ligações químicas insaturadas, representa um estado de alta energia, enquanto que a presença de contaminação da mesma um estado de baixa (BAIER & MEYER, 1988)

HARTMAN *et al.*, (1989) relataram que inúmeros elementos, além do titânio foram encontrados na superfície de implantes após a fabricação; incluíndo o fósforo, carbono, cálcio, oxigênio, silicone e cloro.

Em estudos de microanálise elaborados por KELLER *et al.*, (1990) e EDWARDS & GOLD (1992) foram encontrados vários elementos contaminantes como o carbono, cálcio, potássio, sódio e silício.

KLAUBER et al., (1990) estudaram a contaminação de superfície e a espessura da camada de óxido dos seguintes sistemas de implantes dentais:

Core-Vent, Screw-Vent, Osseodent, Steri-oss, IMZ e Brånemark por meio de análise química por espectroscopia eletrônica (ESCA). Observaram então que todos os implantes apresentaram variados níveis de contaminação de carbono e sódio. A presença de nitrogênio, flúor, magnésio, silicato, cloro, cálcio, manganês, estanho, prata e arsênio também foram encontradas em alguns dos implantes. Os implantes Steri-oss, IMZ e Brånemak apresentaram menor quantidade de contaminantes superficiais, enquanto que nos outros três foram encontrados um alto nível de carbono que foi creditado ao manuseio antes da embalagem. Níveis altos de silicato também foram observados nesses três últimos sistemas. Os autores sugeriram que a presença de alguns contaminantes estariam relacionados à incorporação de sais no processo de lavagem, bem como da lavagem inadequada no caso do flúor após o banho com ácido fluorídrico. Dos 6 sistemas de implantes analisados, o Brånemak foi o que apresentou melhores resultados, sendo que os autores ressaltaram a metodologia limitada por ter sido utilizado somente um implante de cada sistema.

Implantes do sistema IMZ foram analisados em três condições: antes de serem implantados, implantados e removidos após um ano e não implantados e manipulados com as mãos nuas. Os resultados mostraram que no primeiro grupo foram encontrados dióxido de titânio, carbono e oxigênio.

No segundo a presença de cálcio, além da diminuição da rugosidade superficial e da espessura da camada de óxido, e no terceiro a ausência da camada de óxido devido à contaminação com as mãos (KULIRALO *et al.*, 1991).

A Sociedade Americana para Testes e Materiais (ASTM) em sua especificação F67 (1997) baseada na inclusão de elementos como oxigênio, nitrogênio, hidrogênio, ferro e carbono durante o processo de usinagem, classificou o titânio comercialmente puro em quatro graus, de acordo com os limites máximos encontrados para cada um desses elementos (TAB. 1).

		TABE	LA 1							
Limites máximos para cada contaminante de acordo o grau apresentado em (%)										
Tipo	N	Fe	0	С	Η					
ASTM grau 1	0,03	0,20	0,18	0,10	0,15					
ASTM grau 2	0,03	0,30	0,25	0,10	0,15					
ASTM grau 3	0,05	0,30	0,35	0,10	0,15					
ASTM grau 4	0,05	0,50	0,40	0,10	0,15					
b		······································								

Uma técnica de limpeza preconizada por Brånemark foi descrita por HOBO *et al.*, (1989), onde primeiramente os implantes eram escovados com detergente livre de resíduos e enxaguado em água destilada, em seguida colocados em tubos de ensaio contendo butanol, passando por ultrasom durante 10 minutos. Em seguida, eram limpos em 3 banhos com 99% de etanol com ultrasom no último banho. Os implantes eram manuseados com pinça de titânio e colocados em placas de petri para secar a vácuo.

De acordo com a Sociedade Americana para Testes e Materiais (ASTM) em sua especificação F86 (1991) os implantes metálicos devem estar isentos de imperfeições e defeitos, além da ausência de contaminantes depositados durante o processo de acabamento, indicando um método de limpeza com solventes orgânicos, compostos alcalinos e tratamento de superfície com ácido nítrico para assegurar a passividade do metal.

EDWARDS & GOLD (1992) após analisarem a limpeza de superfície de 3 sistemas de implantes dentais: Nobelpharma, Intoss e Steri-Oss, observaram que todos possuíam superfícies puras comparadas com o substrato metal. Afirmaram também que a limpeza e esterilização de implantes antes da implantação eram ainda pouco investigadas, e que no momento, vários tratamentos de superfície eram utilizados, sem uma padronização, sendo necessário estudos adicionais sobre os efeitos da superfície e de procedimentos padronizados para o preparo das mesmas.

VARGAS *et al.*, (1992) após avaliarem a corrosão em solução salina de implantes de titânio puro e liga de titânio-alumínio-vanádio antes e após o tratamento com plasma de argônio por radiofrequência, observaram uma redução dos produtos de corrosão após o tratamento. Acreditam ainda que esse tipo de tratamento remove a camada orgânica de contaminantes e uniformiza a camada de óxido proporcionando uma superfície eletroquimicamente mais passiva.

BINON *et al.*, (1992) analisaram a supefície de 4 marcas comerciais de implantes: Nobelpharma, Osseodent, Swede-Vent e Implant Innovations, sendo o primeiro e o segundo tratados com ácido, o terceiro com descarga de radiofrequência e o quarto com ácido fosfórico. As análises por espectroscopia de energia dispersiva (EDX) mostraram que os implantes Swede-Vent e Impant Innovations apresentaram contaminação superficial com silício, sendo atribuída ao óleo de corte.

O efeito de 4 técnicas de tratamento de superfície na composição e na espessura da camada de óxido superficial do titânio comercialmente puro foram estudadas: limpeza com protocolo de Brånemark; limpeza com protocolo de Brånemark mais autoclavagem; limpeza com protocolo de Brånemark e tratamento por descarga incandescente de radiofrequência por 5 minutos; limpeza com protocolo de Brånemark e tratamento por descarga incandescente de radiofrequência por 5 minutos seguida de armazenagem em água tridestilada por 30 dias. As superfícies foram analisadas por análise química por espectroscopia eletrônica, e para determinar a espessura da

superfície de óxido foi utilizada aspersão de íons argônio. Os autores MACHNEE *et al.*, (1993) mostraram que não houve diferenças significantes na espessura da camada de óxido entre as técnicas estudadas e o óxido mais encontrado foi o dióxido de titânio.

VIDIGAL Jr *et al.*, (1993) analisaram a superfície de três diferentes sistemas de implantes: TF, SR-PRESS e Screw-Vent utilizando de espectroscopia por dispersão de energia. Os resultados demonstraram a presença de contaminantes nos implantes TF e SR-PRESS, identificados como partículas de alumínio e ferro, provavelmente advindos do processo de limpeza e usinagem respectivamente.

A análise química por espectroscopia eletrônica (ESCA) de 4 marcas comerciais de implantes: Astra, Brånemark, Screw-Vente e IMZ, foi realizada por OLEFJORD & HANSSON (1993), onde observaram presença de oxigênio, titânio e compostos contendo carbono em todas as amostras. Mostraram ainda presença de nitrogênio e cloro nos implantes Astra; zinco, cálcio, nitrogênio e silício nos Brånemark; flúor, cálcio, cloro, nitrogênio e silício nos Screw-Vent; e nitrogênio, cálcio e zinco nos IMZ. Consideraram que essa contaminação advinha do processo de manufatura e manuseio dos mesmos e classificaram os contaminantes em orgânicos e inorgânicos, com
esses últimos sendo os mais prejudiciais por poderem catalizar reações de oxigênio e provocar dissolução do titânio.

Para JAARDA, (1994) a remoção dos contaminantes e a obtenção de uma superfície limpa são os objetivos das técnicas de limpeza e esterilização. No entanto o preparo incorreto pode aumentar o nível de contaminantes e interferir no processo de osseointegração.

Segundo SIQUEIRA *et al.*, (1996) após analisarem implantes jateados por meio de microscopia eletrônica de varredura e microanálise por energia dispersiva submetidos a diversos processos de limpeza, observaram que somente o processo de limpeza com detergente não era suficiente para remover todos os contaminantes provenientes do jateamento, sendo necessário um banho ácido.

MAZZONETTO, (1997) analisando a composição química de dois sistemas de implantes: H.I.S. (Histointegrated Implant System) com e sem tratamento de superfície e Implamed, observou a presença de elementos como alumínio, ferro e vanádio em pequenas concentrações nas três amostras, estando dentro da faixa de concentração apresentadas pelos fabricantes, constituíndo uma estrutura de titânio comercialmente puro.

SANTOS (1997) analisou a composição química de 6 implantes de 9 sistemas: Restore, 31 Implants Innovations, Implamed, Intralock, S Implant,

INP, HT, Sistema Universal de Bortoli e SR por meio de espectroscopia de energia dispersiva comparando-os com o grupo controle da Nobelbiocare. Concluiu que as marcas Implamed, Restore, INP e Intralock apresentaram um número de leituras de elementos químicos diferentes de titânio semelhantes ao controle. As marcas 3I e de Bortoli maior que o controle ao nível de 5% de significância, e nas marcas S, HT e SR ao nível de 1% de significância.

ELIAS em 1999 analisando amostras de implantes Master Screw® (Sistema Conexão) submetidos a diferentes tempos de tratamento com ácido, chegou a conclusão que pode-se obter implantes osseointegráveis sem revestimento com grande variação de morfologia mediante esse tipo de tratamento. Relata ainda que a análise das principais técnicas de limpeza, preparação e esterilização dos implantes sem revestimento mostraram que não existem normas que definam os níveis permitidos de impurezas na superfície dos implantes. Contudo há consenso de que os mesmos devem estar limpos no momento da inserção cirúrgica, o que é dependente dos cuidados tomados durante o processo de fabricação, esterilização e manuseio durante o ato cirúrgico.

ALBERGARIA-BARBOSA em 2001 analisou a superfície de 5 sistemas de implantes: Implamed®, S Implant®, Master Screw®, INP® e Titanium Fix® utilizando de microscopia eletrônica de varredura associado a microanálise (MEV-EDS) e analisador de imagens. Frente aos resultados obtidos concluiu que todas as amostras estudadas eram constituídas por titânio comercialmente puro, apesar de serem encontrados pequenos defeitos advindos do processo de fabricação e algumas inclusões como carbono, oxigênio, ferro, sódio, magnésio, silício, potássio e cálcio.

Embora muitos relatos tenham sido descritos em relação ao desempenho biológico dos implantes, como visto por muitos estudos das características da camada de óxido de superfície e seus contaminantes, outro aspecto que deve merecer atenção é o da biofuncionalidade, ou seja, da propriedade mecânica e física que o habilita para a funcionalidade (WILLIAMS, 1981).

SMITH (1993) ressalta a importância do aspecto biomecânico e da biocompatibilidade de um sistema de implantes, e como esses se relacionam com o desenho do implante.

BRUNETTE, (1986, 1988) relatou que a principal consideração em relação ao desenho do implante, tem sido a de produzir superfícies que promovam respostas celulares e teciduais desejáveis em contato com o implante, pois estas são modificadas de acordo com a topografia da superfície dos implantes.

Quanto à questão biomecânica, o conhecimento das cargas sobre os implantes dentais que pode sofrer interferências pelo desenho do implante; a natureza e a magnitude dessas transferidas do implante ao osso e o significado biológico durante a estabilização inicial e posterior remodelação, são fatores importantes estudados por vários autores. Outro fator é a necessidade de ausência de micromovimentação durante a fase de cicatrização, no entanto alguns autores sugerem que estas devem ser inferior a 30µm (PILLIAR, 1991; PILLIAR *et al.*, 1991; BRUNSKI, 1992).

Para ALBREKTSSON (1983) os implantes cilíndricos em forma de parafuso minimizam os movimentos durante a cicatrização inicial, devido ao aumento da superfície de contato, sendo de fundamental importância para o estabelecimento da osseointegração, pois de acordo com BRUNSKI (1992) os micromovimentos destruiriam os componentes celulares periimplantares responsáveis pela formação do osso, proporcionando a formação de tecido fibroso.

KOHN, 1992 relatou que não há critérios para o desenho do implante, mas que todo ele deve promover um aumento da estabilidade inicial e minimizar o fracasso, mantendo a osseointegração por longo tempo. Já BRUNSKI & SKALAK (1992) colocam que o problema do desenho é atender à função de suportar forças mastigatórias e dissipá-las aos tecidos de forma segura e eficaz por longo período.

Segundo HOBKIRK & WATSON (1996) diferentes tipos de implantes tem sido usados por várias décadas, sendo que os em forma de parafuso demonstraram documentação sobre seu sucesso maior, devido ao maior tempo de proservação.

Em relação ao sucesso dos implantes vários fatores podem estar associados. Uma importante consideração para o sucesso a longo prazo é o efeito do desenho na remodelação óssea em volta do implante. Perda limitada da crista óssea tem sido observada em quase todos os implantes utilizados, sendo na ordem de 1,3mm no primeiro ano, podendo ser de 0,1mm nos anos subseqüentes (COX & ZARB, 1987).

Embora os implantes possam estar bem suportados por tecido ósseo, se a conexão implante-pilar intermediário não está bem adaptada, ela pode também tornar-se uma fonte de problemas em potencial, uma vez que nessa área poderá ocorrer crescimento bacteriano, e desenvolvimento de perimucosite e periimplantite, com conseqüente perda dos implantes (WALLACE, 1990; STEFLIK *et al.*, 1991).

VIDIGAL Jr. *et al.*, (1995) avaliaram a adaptação da conexão implante-pilar intermediário por meio de microscopia eletrônica de varredura

de 5 marcas de implantes comercialmente puro disponíveis no Brasil: Brånemark, Srew-Vent, IMZ, TF e Sr-Press. Observaram que no SR-Press foram encontrados espaços de até 50µm, enquanto o TF mostrou 150µm contribuíndo mais ainda para um possível acúmulo de placa e desenvolvimento de doença periimplantar. O sistema Brånemark apresentou boa adaptação, embora tenham sido encontrados espaços de 20µm. Os Screw-Vent e IMZ apresentaram melhores resultados, sem evidências de espaços possíveis de medida.

JANSEN *et al.*, (1997) ressaltaram que os implantes em dois estágios cirúrgicos resultam em espaços entre estes e seus pilares protéticos, e portanto podendo possibilitar reações inflamatórias nos tecidos moles periimplantares. Colocam ainda que esses espaços entre os componentes são inevitáveis, e sua significância clínica tem sido negligenciada tanto pelos produtores, como pelos profissionais que o utilizam. Esses mesmos autores avaliaram 13 diferentes combinações de implante e pilares *in vitro* quanto à infiltração microbiana e espessura do espaço entre eles. Observaram em todos os sistemas presença de microorganismos e espaço inferior a 10µm.

CALLAN *et al.*, (1998) examinaram 45 implantes que falharam devido a perda da crista óssea ao redor dos mesmos, com conseqüente desenvolvimento de periimplantite, e observaram em todos os implantes a presença de acúmulo bacteriano entre o implante e o pilar intermediário com interface variando de 30µm a 135µm.

DELLOW *et al.*, (1997) avaliaram 4 sistemas de implantes e 4 pilares de cada um deles: Southern Implant System, Brånemark, Swede-Vent e Steri-Oss. Os valores encontrados mostraram que todos os sistemas tiveram uma excelente adaptação variando entre 0 a 7,15µm. Swede-Vent e Southern apresentaram menores valores, seguidos do Steri-Oss. Com relação à adaptação marginal o sistema Brånemark mostrou o maior sobrecontorno, seguido por Steri-Oss, Swede-Vent e Southern.

GROSS *et al.*, (1999) estudaram a infiltração microbiana em 5 sistemas de implantes: Spline, ITI, Cera One, Steri-Oss e 3i comparando dois torques para a adaptação implante-pilar intermediário, 10Ncm e 20Ncm. Os autores ressaltaram que a infiltração é um fenômeno sempre observado, com uma variabilidade entre os sistemas, amostras e torques. Relataram ainda que houve uma redução significante na microinfiltração quando o torque utilizado foi aumentado de 10 para 20Ncm.

3. PROPOSIÇÃO

O propósito deste estudo foi realizar análise química, microestrutural e da interface implante-pilar intermediário de quatro amostras de sistemas de implantes dentários endo-ósseos, por meio de microscopia óptica com analisador de imagem, microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1 SELEÇÃO DAS AMOSTRAS

Foram selecionados 28 implantes de 3,75mm de diâmetro por 10mm de comprimento e 4 pilares de titânio, com exceção do sistema INP® que possuía implantes de 9,0mm de comprimento. Os implantes foram divididos com 7 unidades e 1 pilar intermediário pertencentes a cada um dos sistemas Implamed®¹, Master Screw®², Titanium Fix®³ e INP®⁴, que receberam a denominação de grupo 1, grupo 2, grupo 3 e grupo 4, respectivamente.

As amostras foram recebidas dos fabricantes em embalagens seladas e estéreis (FIG.1). As análises química e microestrutural foram realizadas no Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), enquanto que a análise da interface implante-pilar intermediário no centro de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – Universidade Estadual de Campinas (Unicamp).

¹ Sterngold Implamed Dental Implant Systems do Brasil Ltda.

² Conexão – Sistema de Próteses.

³ ASThecnology

⁴ INP – Sistema Nacional de Implantes e Próteses.



FIGURA 1 - Implantes dos sistemas Master Screw®, INP®, Titanium Fix® e Implamed®.

4.2 ANÁLISE QUÍMICA

Para o estudo da composição química foram selecionados 2 implantes de cada lote dos 4 grupos, e analisados no CCDM da UFSCar. O procedimento de análise foi realizado por decomposição ácida com determinação de Ferro por Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Induzido (ICP-AES). Os elementos Carbono e Enxofre foram determinados por combustão direta, o Nitrogênio e Hidrogênio por condutividade térmica e o Oxigênio por absorção de radiação infra vermelho. Os equipamentos utilizados para esta análise foram os seguintes:

A – Espectrômico de Emissão Atômica com Plasma AtomScan 25 da Thermo Jarrel Ash

B – Analisador Elementar de C e S CS-444 LECO Corporation

C – Determinador de O e N TC-436 DR LECO Corporation

D – Determinador de H RH-402 LECO Corporation

4.3 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

4.3.1 PROCEDIMENTO DE ANÁLISE

Foram analisadas 3 amostras de cada grupo de implantes. As técnicas empregadas neste trabalho foram: metalografia , microscopia eletrônica de varredura acoplada à microanálise por espectroscopia de energia dispersiva (MEV-EDS) e microscopia óptica com analisador de imagem. A TAB.2 apresenta a identificação utilizada para as amostras.

Sistemas - Lote	Identificação CCDM
Implamed®-lote W1713	MET000006 – Grupo 1
Master Screw®-lote E032	MET000007 – Grupo 2
Titanium Fix®-lote 629	MET000008 – Grupo 3
INP®-Fabr. 18/01/2000 (9,0mm)	MET000009 – Grupo 4

TABELA 2 Identificação das amostras

4.3.2 MÉTODO DE ANÁLISE

Inicialmente os implantes foram retirados de seus envólucros e analisados na superficie, com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura STEREOSCAN 440 acoplado a microanálise, para verificar a existência de inclusões, defeitos e porosidade nessa região.

Posteriormente as amostras foram preparadas para análise metalográfica, conforme descrição abaixo.

Os implantes foram cortados na transversal por uma cortadeira elétrica, sob refrigeração e com disco diamantado, embutidos em resina cura frio, lixados em lixadeira automática, numa sequência de lixas: 240, 320, 400 e 600 mesh, polido em politriz automática com alumina em solução à 0,1 e $0,05\mu$ m e finalmente atacado quimicamente com uma solução de 3ml de HCl (concentrado), 5ml de HNO₃ (concentrado), 2ml de HF (40%) e 190 ml de H₂O destilada, para revelar os grãos da microestrutura.

Para determinação do tamanho de grão, utilizou-se de um microscópio LEICA, acoplado a um analisador de imagens com software Quantimed 600 e a norma ASTM E112-95 "Standart Test Methods for Determining Average Grain Size". Finalmente utilizou-se novamente de recursos do MEV-EDS para verificar a existência de inclusões, defeitos e porosidade na região transversal das amostras.

4.4. ANÁLISE DA INTERFACE IMPLANTE-PILAR INTERMEDIÁRIO

Para esta avaliação foram utilizados 1 implante e 1 pilar de cada grupo. Os implantes foram mantidos fixos por uma junta morsa para a adaptação dos seus respectivos pilares por meio de um torquímetro de 30N de força (FIG. 2).



FIGURA 2 - Torquímetro de 30N da LIFECORE BIOMEDICAL INC. com implante e pilar do Sistema Master Screw®.

A seguir foram posicionados sobre um porta-amostras e analisados em um microscópio eletrônico de varredura JEOL-JSM, modelo 5600LV, com uma aceleração de 15kV e distância focal média de 28mm. Foram realizadas 8 medidas em posições diferentes da interface implante-pilar intermediário para cada grupo, com um aumento de 1000 vezes, e tirada uma média das mesmas para determinar um valor final.

5. RESULTADOS

5.1. ANÁLISE QUÍMICA

SECAO CECA CENTRAL O estudo da composição química dos 4 grupos de implantes está representado na TAB. 3, onde podemos verificar a presença de elementos diferentes do titânio em cada lote, como: ferro, carbono, enxofre, oxigênio, nitrogênio e hidrogênio. No entanto as concentrações representadas por esses elementos, estão dentro dos normas aceitáveis da ASTM (American Society Testing and Materials) constituíndo uma estrutura de titânio for comercialmente puro de grau 1, para todos os grupos.

TABELA 3

Análise química com as concentrações em (%) dos elementos diferentes de titânio encontradas nos 4 grupos de implantes.

	·····	····				
AMOSTRAS	Fe	C	S .	0	N	H
Grupo 1	0,08	0,02	0,0003	0,17	0,008	0,004
Grupo 1	0,09	0,02	0,0009	0,18	0,01	0,005
Grupo 2	0,03	0,04	0,002	0,11	0,009	0,003
Grupo 2	0,08	0,02	0,0006	0,14	0,009	0,004
Grupo 3	0,10	0,03	0,002	0,12	0,003	0,007
Grupo 3	0,07	0,01	0,0005	0,38	0,005	0,005
Grupo 4	0,08	0,01	0,0007	0,06	0,003	0,003
Grupo 4	0,10	0,01	0,0007	0,07	0,004	0,004

5.2. ANÁLISE MICROESTRUTURAL POR MICROSCOPIA ÓPTICA

Os resultados desta análise mostram os tamanhos de grãos e a presença de estruturas formadas por matrizes de fase α (regiões claras) e precipitados de fase β (regiões escuras) para os 4 grupos de implantes. A partir das imagens representadas nas FIG.3 a 6 foi determinado o tamanho médio dos grãos para cada amostra, obtidos no analisador de imagens com aumento de 200 vezes.



FIGURA 3 - Microestrutura do implante do GRUPO 1 apresentando tamanho médio de grãos de 10,71 μ m e matrizes de fases α (regiões claras) e β (regiões escuras). Aumento de 200X.



FIGURA 4 - Microestrutura do implante do GRUPO 2 apresentando tamanho médio de grãos de 12,38 μ m e matrizes de fases α (regiões claras) e β (regiões escuras). aumento de 200x.



FIGURA 5 - Microestrutura do implante do GRUPO 3 apresentando tamanho médio de grãos de 16,34 μ m e matrizes de fases α (regiões claras) e β (regiões escuras). aumento de 200x.



FIGURA 6 - Microestrutura do implante do GRUPO 4 apresentando tamanho médio de grãos de 20,64 μ m e matrizes de fases α (regiões claras) e β (regiões escuras). Aumento de 200X.

Ň

5.3. ANÁLISE MICROESTRUTURAL POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E MICROANÁLISE (MEV-EDS).

Por meio de um microscópio eletrônico de varredura foram obtidas micrografias das superfícies dos implantes com um aumento de 50 vezes para uma visão panorâmica na região das roscas onde observarmos um melhor acabamento nos implantes do grupo 1 e grupo 2, com os grupos 3 e 4 apresentando roscas mais afiladas e irregulares, respectivamente. Observamos ainda topo de rosca com ângulos mais arredondados no implante do grupo 2 (FIG. 7 a 10).



FIGURA 7 - Micrografia de um implante do GRUPO 1 com aumento de 50X. Visão panorâmica da uniformidade entre as roscas e alma do implante, com a presença de chanfro entre as mesmas e ângulos vivos no topo da rosca.



FIGURA 8 - Micrografia de um implante do GRUPO 2 com aumento de 50X. Visão panorâmica da uniformidade entre as roscas e alma do implante, com a presença de chanfro entre as mesmas e ângulos mais arredondados no topo da rosca.



FIGURA 9 - Micrografia de um implante do GRUPO 3 com aumento de 50X. Visão panorâmica apresentando roscas de aspecto mais afilado. Uniformidade entre as roscas e alma do implante, com a presença de chanfro entre as mesmas.



FIGURA 10 - Micrografia de um implante do GRUPO 4 com aumento de 50X. Visão panorâmica apresentando irregularidades de espessura no topo da rosca. Uniformidade entre as roscas e alma do implante, com a presença de chanfro entre as mesmas.

Foram realizadas ainda microanálises por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) tanto na superfície (topo e passo de rosca) como na região transversal dos implantes, buscando visualizar defeitos e irregularidades advindas do processo de usinagem e identificar os contaminantes de superfície. As FIG.11 a 22 mostram algumas fotomicrografias indicando as amostras e região onde foi realizada as análises (os números indicados dentro das fotomicrografias referem-se à região onde foi realizada a EDS).



FIGURA 11 - Micrografia na superfície de um implante do GRUPO 1 na região do passo de rosca (vale) onde foi realizada a EDS (Anexo 6).



FIGURA 12 - Micrografia na superfície de um implante do GRUPO 2 identificando a presença de irregularidade na região do passo de rosca (vale) onde foi realizada a EDS (Anexo 7).



FIGURA 13 - Micrografia na superfície de um implante do GRUPO 3 identificando a presença de contaminante na região do passo de rosca (vale) onde foi realizada a EDS (Anexo 8).



FIGURA 14 - Micrografia na superfície de um implante do GRUPO 4 identificando a presença de contaminante na região do passo de rosca (vale) onde foi realizada a EDS (Anexo 11).



FIGURA 15 - Micrografia na superfície do implante do GRUPO 1 mostrando uniformidade de espessura na região do topo da rosca onde foi realizada a EDS (Anexo 12).



FIGURA 16 - Micrografia na superfície de um implante do GRUPO 2 mostrando as regiões no topo da rosca onde foi realizada a EDS (Anexos 14 e 15).



FIGURA 17 - Micrografia na superfície de um implante do GRUPO 3 mostrando irregularidades na região do topo da rosca onde foi realizada a EDS (Anexo 16).



FIGURA 18 - Micrografia na superfície de um implante do GRUPO 4 mostrando irregularidades na região do topo da rosca onde foi realizada a EDS (Anexo 17).



FIGURA 19 - Micrografia na região transversal do implante do GRUPO 1 mostrando a região onde foi realizada a EDS (Anexo 22).



FIGURA 20 - Micrografia na região transversal do implante do GRUPO 2 mostrando a região onde foi realizada a EDS (Anexo 24).



FIGURA 21 - Micrografia na região transversal do implante do GRUPO 3 onde foi realizada a EDS (Anexo 25).



FIGURA 22 - Micrografia na região transversal do implante do GRUPO 4 mostrando a região onde foi realizada a EDS (Anexo 27).

Após a análise por meio do MEV-EDS, podemos constatar que quando foi realizada de uma forma geral, ou seja, tomando uma determinada área de superfície do implante, todos os grupos apresentaram um pico de concentração máxima para o titânio. Porém os grupos 1 e 4 apresentaram somente a presença de Ti, O e C. Os grupos 2 e 3 apresentaram além do Ti, O e C, elementos como Si e Al (Anexos 1 a 4). Quando a região do passo de rosca (vale) foi analisada todos os grupos apresentaram Ti, C e O com picos maiores para o Ti. O grupo 2 não apresentou elementos diferentes dos citados acima. No grupo 1 além dos elementos acima o Na também foi encontrado. O grupo 3 apresentou Al e Si e o grupo 4 apenas o Si (Anexos 5 a 11).

Na análise do topo da rosca somente o Ti e C foram encontrados no grupo 1, porém também presentes nos outros sistemas, com picos maiores para o titânio em todos os grupos. No grupo 2 além desses dois elementos o O, Na, Ca, S e Al; no grupo 3 o O e Si, e no grupo 4; O e Ca (Anexos 12 a 19).

Ao analisarmos a região transversal das amostras foram encontrados picos mais elevados de Ti, bem como picos de C em todas elas. No entanto no grupo 1 foram encontrados elementos como: C, O, Fe, Mg, Si, K, e Ca. O grupo 2 apresentou além do Ti e C, a presença do Fe. Nas amostras dos grupos 3 e 4 foram observadas apenas a presença de C além do Ti. O aparecimento de picos de Au (ouro) em todas as amostras foram desprezíveis, devido se tratar de um fator inerente ao processo de preparo das amostras para essa análise (Anexos 20 a 27).

5.4. ANÁLISE DA INTERFACE IMPLANTE-PILAR INTERMEDIÁRIO POR MEIO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).

Foram obtidas 8 medidas para cada amostra e a média destas. Os resultados desses valores estão assinalados na tabela abaixo:

TABELA 4

Valores e médias obtidos em (μ m) por meio do MEV para cada um dos 4 grupos avaliados.

Média 2,0	Média 5,77	Média 9,45	Média 7,86
2,20	3,60	9,20	6,0
2,0	4,20	10,20	5,40
1,40	3,80	11,20	7,0
3,40	1,40	9,60	7,33
1,80	3,60	12,6	4,60
1,20	14,0	9,0	14,0
1,80	9,20	9,80	12,0
2,20	6,40	4,0	6,60
GRUPO 1	GRUPO 2	GRUPO 3	GRUPO 4

De acordo com os resultados da tabela acima podemos observar que o os implantes e os pilares do grupo 1 apresentaram menores espaços com uma média de 2,0µm de interface, apresentando um maior valor de 3,4µm e menor de 1,2µm. A seguir o implante do grupo 2 com média de 5,77µm, e maior valor de 14µm e menor de 1,40µm. Os implantes dos grupos 4 e 3 apresentaram os maiores espaços com uma média de 7,86µm e 9,45µm, com maiores valores de 14,0µm e 12,6µm e menores de 4,6µm e 4,0µm respectivamente. As FIG. 23 a 34 mostram o aspecto da adaptação dos vários pilares dos grupos de implantes avaliados.



FIGURA 23 - Aumento de 50X mostrando a adaptação marginal do pilar do implante do GRUPO 1.



FIGURA 24 - Aumento de 50X mostrando a adaptação marginal do pilar do implante do GRUPO 2.



FIGURA 25 - Aumento de 50X mostrando a adaptação marginal do pilar do implante do GRUPO 3.



FIGURA 26 - Aumento de 50X mostrando a adaptação marginal do pilar do implante do GRUPO 4 e defeitos de usinagem identificados pela seta.



FIGURA 27 - Aumento de 500X. Adaptação marginal caracterizada por pequena descontinuidade (degrau) entre o pilar e o implante do GRUPO 1.



FIGURA 28 - Aumento de 500X. Adaptação marginal, não caracterizando descontinuidade (degrau) entre o pilar e o implante do GRUPO 2.



FIGURA 29 - Aumento de 500X. Adaptação marginal caracterizada por grande descontinuidade (degrau) de aproximadamente $32,4\mu m$ entre o pilar e o implante do GRUPO 3.



FIGURA 30 - Aumento de 500X. Adaptação marginal caracterizada por grande descontinuidade (degrau) de aproximadamente 30,8µm entre o pilar e o implante do GRUPO 4. Presença de defeito de usinagem identificado pela seta.



FIGURA 31 - Aumento de 1000X. Menor espaço entre o pilar e o implante do GRUPO 1, com média de 2,0µm.



FIGURA 32 - Aumento de 1000X. Solução de continuidade entre o pilar e o implante do GRUPO 2 de 9,20 μ m, com média de adaptação de 5,77 μ m.



FIGURA 33 - Aumento de 1000X. Solução de continuidade entre o pilar e o implante do GRUPO 3 de 9,80 μ m, com média de adaptação de 9,45 μ m.



FIGURA 34 - Aumento de 1000X. Solução de continuidade entre o pilar e o implante do GRUPO 4 de 14,0µm, com média de adaptação de 7,86µm.

Após a avaliação da adaptação marginal entre os pilares e seus respectivos implantes vistos nas figuras por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV), observamos que o grupo 4 e o grupo 3 apresentaram maior descontinuidade (degrau) entre os mesmos, com valores de aproximadamente 30,8µm e 32,4µm respectivamente de. No entanto o grupo 1 apresentou pequena descontinuidade, enquanto o grupo 2 se mostrou com melhor resultado, não evidenciando descontinuidade entre o pilar e o implante.
6. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Com base nos resultados obtidos nesse estudo, analisamos a composição química de 4 grupos de implantes comercializados no Brasil, e verificamos que em todos ocorreu a presença de pequenas concentrações de Ferro, carbono, enxofre, oxigênio, nitrogênio e hidrogênio, não descaracterizando a estrutura do titânio comercialmente puro em todos eles, a exemplo de outros sistemas como: Brånemark, ITI e Restore. Esse estudo é condizente com o de MAZZONETTO em 1977 para os sistemas Implamed® e H.I.S. (Histointegrated Implant System), onde apesar da presença de elementos como ferro, alumínio e vanádio, as duas estruturas também eram constituídas de titânio comercialmente puro.

Vários autores como (BRÅNEMARK *et al.*, 1977; KASEMO & LAUSMAA, 1986; EDWARDS & GOLD, 1992) destacaram que um dos fatores preponderantes para a obtenção da osseointegração é o grau de limpeza da superfície do implante, a qual deve ser tratada mecânica e quimicamente para a remoção de partículas estranhas, como a limalha, lascas metálicas e outros tipos de contaminantes. Porém diferentemente do que foi relatado por esses autores, é freqüente encontrarmos a presença de contaminantes advindos do processo de usinagem do material. AMEEN *et al.*, (1993) relatam que a

presença de contaminantes na superfície do implante irá influenciar as possibilidades biofísicas para a adesão celular.

A contaminação da superfície pode ser molecular e grosseira, sendo a primeira dependente das condições do ambiente de preparo dos implantes e difícil de ser evitada e a segunda decorrente do processo de fabricação podendo portanto ser evitada por meio de métodos controlados de limpeza (KASEMO & LAUSMAA, 1988; SMITH *et al.*, 1991).

Vários estudos *in vitro* relatam que a maioria dos sistemas disponíveis no mercado apresentam contaminantes de superfície, impurezas ou falhas decorrentes do processo de usinagem, limpeza e tratamento de superfície como exemplo podemos citar os implantes Steri-Oss (WALLACE, 1990), IMZ (OLEFJORD & HANSSON, 1993), INP (SIQUEIRA *et al.*, 1996), Implamed (MAZZONETTO, 1997), Restore e 3I (SANTOS, 1997), Conexão (ELIAS, 1999), Astecnology e S Serson Implant (ALBERGARIA-BARBOSA, 2001).

Por meio da microscopia eletrônica de varredura acoplada à espectroscopia de energia dispersiva (MEV-EDS) observamos que de uma forma geral os quatro grupos de implantes avaliados nesse estudo apresentaram elementos diferentes do titânio como nos trabalhos citados anteriormente, com pico de concentração maior para o titânio. Porém a

presença desses variou muito pouco de uma amostra em relação à outra, com os grupos 1 e 4 apresentando menor quantidade de elementos diferentes do titânio (Anexos 1 a 4). Quando a região analisada foi o passo de rosca do implante, o grupo 2 apresentou menor quantidade (Anexos 5 a 11), ao passo que na análise feita no topo da rosca o grupo 1 apresentou melhores resultados (Anexos 12 a 19). Esse tipo de análise foi também realizada após o corte do implante, na sua região transversal, e nesse ponto foram encontrados maior número de elementos diferentes do titânio pertencentes ao grupo 1 (Anexos 20 a 27). De acordo com essa análise acreditamos que os principais resultados a serem observados dizem respeito a região da superfície (topo e passo de rosca), já que são as regiões que entram em contato direto com os tecidos, valendo ressaltar que os sistemas de implantes que apresentam menor quantidade de contaminantes nessa região, possivelmente interferirão menos na formação da camada de óxido e consequentemente no processo de osseointegração. Todavia todos recomendam que as superfícies dos implantes devem ser isentas de impurezas, não se definindo ainda o nível de contaminação aceitável ou a identificação das mais prejudiciais.

Mesmo sabendo que vários estudos afirmam a interferência dos contaminantes no comportamento biológico dos implantes, acreditamos no sucesso dos aqui avaliados, pelo tempo de uso clínico apresentado pelos

mesmos. Contudo não devemos deixar de lado as recomendações para que cada vez mais sejam seguidos os cuidados em diminuir essa contaminação, para que se tenha um sucesso do ponto de vista clínico a longo prazo.

Em relação ao estudo microestrutural dos implantes é importante salientar a importância da metalografia que estuda a constituição, a estrutura e a textura dos metais e suas ligas, relacionando-as com as propriedades mecânicas, físicas, químicas e a processos de fabricação (COUTINHO, 1980).

Os 4 grupos avaliados do ponto de vista metalográfico apresentaram estruturas formadas de matrizes de fase α (regiões claras) e precipitados de fase β (regiões escuras), constituindo uma estrutura ($\alpha + \beta$) que possui elevada propriedade mecânica e resistência a corrosão. Contudo, quando o tamanho dos grãos foi avaliado observamos que os grupos 1 e 2 apresentaram uma menor média no tamanho destes, e uma proximidade entre estas, o que não aconteceu com os grupos 3 e 4 que apresentaram médias bem maiores. Essa diferença no tamanho dos grãos entre os grupos, provavelmente possa ser de origem do material obtido pelos diferentes sistemas aqui avaliados Diante desse quesito podemos nos posicionar a favor de uma possível maior resistência mecânica dos dois primeiros grupos, já que quanto menor o tamanho dos grãos maior a resistência mecânica. Esse estudo é condizente com os achados de (MAZZONETTO, 1997) e (ALBERGARIA-BARBOSA,

2001), porém no estudo do primeiro autor, não foi levado em consideração o estudo do tamanho dos grãos.

Vários autores ressaltam a importância da qualidade da superficie dos implantes no processo de osseointegração. Relatam ainda que o conceito de qualidade inclui todas as qualidades superficiais, como a química, física, mecânica e topográfica, e que a influência destas tem sido investigada por muitos trabalhos, não se chegando a uma relação ideal entre as condições de superfície e o comportamento biológico (ALBREKTSSON *et al.*, 1981; BAIER *et al.*, 1984; BRÅNEMARK, 1985; RATNER *et al.*, 1987; KASEMO & LAUSMAA, 1988; BINON *et al.*, 1992; KOHN, 1992; WENNERBERG *et al.*, 1995).

Segundo BUSER *et al.*, (1991) as propriedades físicas da superfície dos implantes têm influência na força de retenção desse implante integrado. Relatam ainda que implantes com superfícies texturizadas terão um nível de contato ósseo significantemente maior aos de superfícies lisas, proporcionando maior força retentiva.

Alguns estudos histomorfométricos e biomecânicos indicam resultados mais expressivos do ponto de vista de contato ósseo e resistência à forças aplicadas em implantes com texturização de superfície, comparados aos de superfícies lisas (De LANGE *et al.*, 1990; COOK *et al.*, 1991;

WENNERBERG *et al.*, 1995). Do contrário outros estudos mostram que não há diferenças entre essas superfícies, do ponto de vista histomorfométrico e biomecânico (GONÇALVES, 1994; TOREZAN, 1998). No entanto, (TEIXEIRA, 2001) ressalta o pouco tempo de observação clínica desses estudos, sendo na grande maioria desenvolvidos em animais, com condições distintas de aplicação de carga funcional, qualidade, quantidade e metabolismo ósseo, não permitindo conclusões definitivas sobre a paridade de tais resultados com sua aplicação clínica em humanos.

Na avaliação realizada nesse estudo obtivemos por meio do microscópio eletrônico de varredura uma análise da microestrutura dos 4 grupos de implantes aqui estudados, todos apresentando superfícies lisas, com aumento de 50 vezes, onde observamos nas micrografias das amostras (Figuras 7 a 10), uma estrutura em forma de parafuso com melhor acabamento pertencente aos implantes dos grupos 1 e 2, parecendo apresentar uma uniformidade na distância entre as roscas e presença de chanfro entre o topo da rosca e a alma do implante. Porém, os grupos 3 e 4 apresentaram roscas mais afiladas e irregularidades na região do topo respectivamente, contribuíndo possivelmente para uma menor superfície de contato ósseo e consequentemente menor retenção mecânica inicial para o implante, ao contrário dos estudos realizados por (VIDIGAL Jr. *et al.*, 1993; SIQUEIRA &

DIAS, 1996; MAZZONETTO, 1997) que não apresentaram diferenças no desenho dos implantes avaliados.

Embora os implantes apresentem-se bem suportados por tecido ósseo, a ausência de adaptação entre estes e seus pilares protéticos pode ser considerado um fator de risco em potencial para a colonização bacteriana, desenvolvimento de perimucosite e periiplantite, com conseqüente perda do implante. Partindo desse ponto de vista, é importante salientar a obtenção de uma perfeita adaptação da interface implante-pilar intermediário.

Ao analisarmos a adaptação dos quatro grupos de implantes aqui já citados, observamos que o grupo 1 apresentou os melhores resultados com menor média de interface de adaptação (2µm), seguido do grupo 2 (5,77µm), grupo 4 (7,86µm) e grupo 3 (9,45µm). Nesta análise os espaços variaram de 1,2µm a 14µm. Quando avaliamos a adaptação marginal, o grupo 2 apresentou melhor resultado não evidenciando descontinuidade nesta área. Os maiores valores ficaram por conta do grupo 1 (30,8µm) e grupo 2 (34,2µm). Esse estudo mostrou que apesar de haver espaços presentes em todos os sistemas avaliados, estes variaram de 1,2µm a 14µm, constituíndo sistemas de boa adaptação quando comparados com os da maioria da revisão literária como VIDIGAL Jr. *et al.*, (1995) que encontraram valores na ordem de 20µm, 50µm e 150µm; CALLAN *et al.*, (1998) entre 30µm a 135µm; JANSEN *et al.*,

(1997) com espaços inferiores a 10μm e DELLOW et al., (1997) entre 0 a7,15μm.

Vale ressaltar que em nosso estudo, para os dois tipos de adaptação tivemos apenas uma amostra de cada grupo de implantes, além de que na avaliação da adaptação lateral somente uma medida foi realizada, o que possivelmente à proporção que fossemos rodando essa amostra para um maior número de leituras poderíamos ter valores diferentes para esses dados. Diante disso novos trabalhos devem ser elaborados, com uma amostra maior, de forma que possam ser obtidas análises estatísticas para esses dados.

7. CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos dessas análises, podemos concluir que:

 Os quatro grupos avaliados por meio de análise química apresentaram suas estruturas constituídas de titânio comercialmente puro de grau 1.

2. Do ponto de vista microestrutural todos os grupos apresentaram metalografia constituída de matrizes de fases $\alpha + \beta$, com menor tamanho de grãos para o grupo 1, seguido em ordem crescente dos grupos 2, 3 e 4.

3. Pela análise microestrutural de superfície por meio de microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva, os grupos 1 e 2 apresentaram melhor acabamento na região das roscas. Os grupos 3 e 4 apresentaram roscas mais afiladas e irregulares no seu topo respectivamente. Contaminantes de superfície se fizeram presentes em todos os grupos.

4. Dentro da metodologia proposta para a análise da interface implante-pilar intermediário todos os grupos apresentaram bons resultados, com o grupo 1 apresentando menor espaço.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

- ADELL, R., LEKHOLM, U., BRÅNEMARK, P.I. Surgical procedures. In: BRÅNEMARK, P.I., ZARB, G., ALBREKTSSON, T. Tissue integrated protheses: osseointegration in clinical dentistry. Chicago: Quintessence, 1985. p.211-231.
- 2. _____. *et al.* A 15-year study of osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. **Int. J. Oral Surg.**, Copenhagen, v.10, n.6, p.387-416, Dec.1981.
- ALBERGARIA-BARBOSA, J.R. Análise microestrutural de cinco diferentes marcas comerciais de implantes de titânio comercialmente. Piracicaba, 2001. 146p. Tese (Livre Docência na Área de Cirurgia e Traumatologia Bucomaxilofacial) - Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas.
- 4. ALBREKTSSON, T. Direct bone anchorage of dental implants. J. Prosth. Dent., Saint Louis, v.50, p.255, 1983.
- 5. _____, SENNERBY, L. Direct bone anchorage of oral implants: clinical and experimental considerations of the concept of osseointegration. **Int. J. Prosth.**, v.3, n.1, p.30-41, Jan-Feb, 1990.
- 6. _____, LEKHOLM, U. Osseointegration: current state of the art. **Dent. Clin. N. Am.**, Philadelphia, v.33, p.537-554, 1989.
- 7. _____. *et al.* Osseointegrated titanium implants. Requirements for ensuring a long-lasting, direct bone-to-implant anchorage in man. Acta Orthop. Scand., Oslo, v.52, n.2, p.155-170, 1981.
- 8. _____. *et al.* The interface zone of inorganic implants *in vivo*: titanium implants in bone. **Ann. Biomed. Eng.**, v.11, p.1-27, 1987.
- 9. AMEEN, A.P. *et al.* The surface analysis of implant materials. 1. The surface composition of a titanium dental implant material. **Clin. Oral Implants Res.**, v.4, p.144-150, 1993.

^{*} De acordo com a NBR-6023, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), de 1989. Abreviaturas dos periódicos de acordo com o "Index Medicus".

- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). Specification for unalloyed titanium for surgical implant applications. Designation: F67-95. Annual book of ASTM standards. Medical devices and services, 13.01: 1, 1997.
- 11. _____. Standard practice for surface preparation and marking of metallic surgical implants., USA F86, 1991.
- 12. BAIER, R.E., MEYER, A.E. Implant surface preparation. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.3, n.1, p.9-20, Spring., 1988.
- 13. _____. *et al.* Degradative effects of conventional steam sterilization on biomaterial surfaces. **Biomaterials.**, Stoneham, v.3, n.4, p.241-245, Oct. 1982.
- 14. _____. *et al.* Surface properties determine bioadhesive outcomes: methodes and results. **J. Biomed. Mater. Res.**, Lombard, v.18, n.4, p.327-355, Apr.1984.
- 15. BANNON, B.P., MILD, E.E. Titanium alloys for biomaterials applications: an overview. **Presented at A.S.T.M. sponsored symposium**., Phoenix, May., 1981.
- BINON, P.P., WEIR, D.J., MARSHALL, S.J. Surface analysis of an original Brånemark implant and three related clones. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.7, n.2, p.168-175, Summer., 1992.
- 17. BRÅNEMARK, P.I. Introduction on osseointegration. In: BRÅNEMARK, P.I., ZARB, G., ALBREKTSSON, T. Tissue integrated protheses: osseointegration in clinical dentistry. Chicago, Quintessence, 1985. P211-231.
- *et al.* Intra-osseous anchorage of dental protheses I. Experimental studies. Scand. J. Plast. Recosntr. Surg., Stocholm, v.3, p.81-100, 1969.
- 19. _____. *et al.* Osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw: experience from a 10-year period. Scand. J. Plast. Reconstr. Surg., Stocholm, v.16, p.1-132, 1977.

- 20. BRUNETTE, D.M. Interactions of epithelial cells with foreign surfaces. Crit. Ver. Biocompatibil., v.1, p. 323-370, 1986.
- 21. _____. The effects of implant surface topography on the behavior of cells. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.3, p.231-246, 1988.
- 22. BRUNSKI, J.B. Biomechanics factors affecting the bone dental interface Clin. Mater., v.10, p.153-201, 1992.
- 23. _____, SKALAK, R. Biomechanical consideration. In: WORTHINGTON, P., BRÅNEMARK, P.I. Advanced osseointegrated surgery: applications in the maxillo-facial region. Chicago, Quintessence, 1992. P.15-39.
- BUSER, D. *et al.* Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implants. A histomorphometric study in miniature pigs. J. Biomed. Mater. Res., Lombard, v.25, p.889-902, 1991.
- 25. CALLAN, D.P., O'MAHONY, A, COBB, C.M. Loss of crestal bone around dental implants: a retrospective study. **Implant Dent.**, v.7, n.4, p.258-266, 1998.
- CARLSSON, L., ALBREKTSSON, T., BERMAN, C. Bone response to plasma-cleaned titanium implants. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.4, p.199-204, 1989.
- 27. CARTER, J.M. et al. Organic surface film contamination of vitallium implants. J. Biomed. Mater. Res., Lombard, v.15, n.6, p.843-851, Nov. 1981.
- 28. COOK,S.D., DALTON, J.E. Biocompatibility and bofuncionality of implanted materials. Alpha Omegan, v.85, n.4, p.41-47, 1992.
- 29. _____, KAY, J.F., THOMAS,K.A. Experimental coating deffects in hydroxylapatite coated implants. **Clin. Orthop.**, Philadelphia, v.265, p.280-290, 1991.
- 30. _____. *et al.* The effect of surface macrotexture on the mechanical and histologic characteristics of hydroxylapatite coated dental implants. J.

Oral Implantol., v.19, p.288-294,1993

- 31. COUTINHO, T.A. Metalografia de não-ferrosos: análise e prática. São Paulo: Edgard Blücher, 128p, 1980.
- 32. COX, J.F., ZARB, G.A. The longitudinal clinical efficacy of osseointegrated dental implants. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.2, p.91-100, 1987.
- 33. CRAWFORD, P.R. Titanium: the metal of the gods. J. Can. Dent. Assoc., v.58, p.568, 1992.
- DE LANGE, G.L., DE PUTTER, C., DE WIJS, F.L. Histological and ultrastructural appearence of the H.A.-bone interface. J. Biomed. Mater. Res., v.24, p.829-845, 1990.
- DELLOW, A.G., DRIESSEN, C.H., NEL, H.J.C. Scanning electron microscopy evaluation of the interfacial fit of interchanged components of four dental implant systems. Int. J. Prosth., v.10, n.3, p.216-221, 1997.
- DOUNDOULAKIS, J.H. Surface analysis of titanium after sterilization: role in implant-tissue interface and bioadhesion. J. Prosth. Dent., Saint Louis, v.58, n.4, p.471-478, Oct., 1987.
- DUCHEYNE, P., HEALY, K.E. Surface spectroscopy of calcium phosphate ceramic and titanium implant materials. In: RATNER, B. Surface characterization of biomaterials. Amsterdam, Elsevier, 1988. P.175-192.
- EDWARDS, B.N., GOLD,B.R. Analysis of surface cleanliness of three commercial dental implants. Biomaterials, Stoneham, v.13, n.11, p.775-780,1992.
- ELIAS, C.N. Limpeza, preparação da superfície e dos implantes osseointegráveis Master Screw[®]. Revta. Bras. Implantodont., Rio de Janeiro, v., n., p.10-12, Abril-Junho 1999.
- 40. ENGLISH, C. An overview of implant hardware. J. Am. Dent. Assoc., Chicago, v.121, p.360-368, 1990.

- 41. GONÇALVES, J.R. Efeito do ultra-som no processo de reparo ósseo após implantação de parafusos de titânio em coêlhos. Análise histológica e biomecânica. Araçatuba, 1994. 95p. Tese (Doutorado em Odontologia-Área de Cirurgia e Traumatologia Bucomaxilofacial) – Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista.
- GROSS, M., ABRAMOVICH, I., WEISS, E.I. Microleakage at the abutment-implant interface of osseointegrated implants: a comparative study. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.14, n.1, p.94-100, 1999.
- HARTMAN, L.C. *et al.* Effects of pretreatment sterilization and cleaning methods on materials properties and osseoinductivity of a threaded implant. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.4, n.1, p.11-18, Spring 1989.
- 44. HOBKIRK, J.A., WATSON, R.M. Atlas colorido e texto de implantologia dental e maxilofacial. São Paulo, Artes Médicas, 1996. P.9-19.
- 45. HOBO, S., ICHIDA, E., GARCIA, L.T. Osseointegration and oclusal rehabilitation. Chicago, Quintessence, 1989. P.33-54.
- JAARDA, M.J. Preparo da superfície. In: WORTHINGTON, P., LANG, B.R., LAVELLE, W.E: Osseointegração na Odontologia (ed.1) São Paulo, Quintessence, p.11-18, 1994.
- 47. JANSEN, V.K., CONRADS, G., RICHTER, E.J. Microbial leakage and marginal fit of the implant-abutment interface. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.12, n.4, p.527-540, 1997.
- KASEMO, B. Biocompatibility of titanium implants: surface science aspects. J. Prosth. Dent., Saint Louis, v.49, n.6, p.832-837, June 1983.
- 49. ______, LAUSMAA, J. Biomaterial and implant surfaces: a surface science approach. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.3, n.4, p.247-259, Winter., 1988.

- 50. _____. Surface science aspects on inorganic materials. Crit. Ver. Biocomp., v. 2, p.335-380, 1986.
- KELLER, J.C. *et al.* Characterization of sterelized CP titanium implant surfaces. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.5, n.4, p.360-367, Winter., 1990.
- KENT, J.N. *et al.* Biointegrated hydroxylapatite-coated dental implants: a 5 year clinical observations. J. Am. Dent. Assoc., Chicago, v.121, p.138-144, 1990.
- KLAUBER, C., LENZ, L.J., HENRY, P.J. Oxide thickness and surface contamination of six endosseous dental implants determined by electron spectroscopy for chemical analysis: a preliminary report. Int. J. Oral Maxillofac. Implants. Lombard, v.5, n.3, p.264-271, Fall., 1990.
- 54. KOHN, D.H. Overview of factors important in implant design. J. Oral Implantol., v.18, p.204-219, 1992.
- KONONEN, M. et al. Effect of surface processing on the attachment, orientation and proliferation of human gingival fibroblasts on titanium.
 J. Biomed. Mater. Res., Lombard, v.26, p.1325-1341, 1992.
- KULIRALO, M. *et al.* Surface studies on titanium IMZ implants. J. Biol. Buccale., v.19, n.3, p.247-253, Sept., 1991.
- 57. LISTGARTEN, M.A. *et al.* Periodontal tissues and their counterparts around endosseous implants. **Clin. Oral Impl. Res.**, v.2, n.1, p.1-19, Jan, 1991.
- MACHNEE, C.H. *et al.* Identification of oxide layers of commercially pure titanium in response to cleaning procedures. Int. J. Oral Maxillofac. Implants. Lombard, v.8, n.5, p.529-533, 1993.
- 59. MAZZONETTO, R. Análise da estrutura, da superfície e da adaptação da conexão protética de três implantes dentários endósseos. Estudo in vitro. Araçatuba, 1997. 151p. Tese (Doutoado em Odontologia - Área de Cirurgia e Traumatologia

Bucomaxilofacial) - Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista.

- 60. MEFFERT, R.M. Do implant surfaces make a difference? Curr. Opin. Periodont., Philadelphia, v.4, p.104-108, 1997.
- 61. ______, BLOCK, M.S., KENT, J.N. What is osseointegration. Int. J. Periodont. Restor. Dent., Carol Stream, v.7, p.9-21, 1987.
- OLEFJORD, I., HANSSON, S. Surface analysis of four dental implant systems. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.8, n.1, p.32-40, 1993.
- 63. PARR, G.R., GARDNER, L.K., TOTH, R.W. Titanium: the mystery metal of implant dentistry. Dental materials aspects. J. Prosth. Dent., Saint Louis, v.54, n.3, p.410-414, Sept., 1985.
- 64. PILLIAR, R.M. Quantitative evaluation of the effect of micromoviment at a porous coated implant bone interface. In: DAVIES, J.E. The bone-biomaterials interface. Toronto, University of Toronto Press, 1991. P.330-387.
- 65. _____. *et al.* Dental implants design: effect of bone remodeling. J. Biomed. Mater. Res., Lombard, v.25, p.467-483, 1991.
- 66. PORTER, D.A., EASTERLIN, K.E. Phase transformation in metals and alloys. Berkishire: Van Nostrand Reinhold Company, 446p, 1981.
- 67. RATNER, B.D., JOHNSTON, A.B., LENK, T.J. Biomaterials surfaces. J. Biomed. Mater. Res. Lombard, v.21, p.59-89, 1987.
- 68. SANTOS, P.D. Estudo da composição química da superfície de implantes osseointegráveis de titânio por meio da espectroscopia por energia dispersiva. São Paulo, 1997. 52p. Dissertação (Mestrado em Odontologia - Área de Materiais Dentários) - Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.
- 69. SHAFER, D.M. *et al.* The effect of electrical pertubation on osseointegration of titanium dental implants: a preliminary study. J. Oral Maxillofac. Surg., Philadelphia, v.53, p.1063-1068, 1995.

- SIQUEIRA, J.T.T., DIAS, P.V. Implantes de titânio, cilíndricos, com superficie rugosa por jateamento: considerações clínicas e histológicas. Revta. Bras. Implantodont., Rio de Janeiro, p.7-11, Set-Out 1996.
- 71. ______, STIVAL, N., DIAS, P.V. Considerações sobre limpeza de superficies de implantes dentários jateados. Revta. Bras. Implantodont., Rio de Janeiro, v., n., p.6-11, Janeiro-Fevereiro 1996.
- 72. SMITH, D.C. Dental implants : materials and design considerations. Int. J. Prosth., v.6, p.106-117, 1993.
- 73. ______., PILLIAR, R.M., CHERNECKY, R. Dental implants materials I: some effects of preparative procedures on surface topography. J. Biomed. Mater. Res., v.25, p.1045-1068, 1991.
- 74. SPIEKERMANN, H. et al. Implantology. Sttutgart, Georg Thieme Verlag, 1995, 388p.
- 75. STANFORD, C. Biocompatibilidade, resposta do tecido e o conceito de interação. In: WORTHINGTON, P., LANG, B.R., LAVELLE, W.E: Osseointegração na Odontologia (ed.1) São Paulo, Quintessence, p.19-26, 1994.
- 76. STEFLIK, D.E. et al. Dental implants retrieved from humans: a diagnostic light microscopic review of the findings in seven cases of failure. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.6, p.147-153, 1991.
- 77. TEIXEIRA, E. R. Superfícies dos implantes: o estágio atual. In: Dinato, J.C., Polido, W. D. Implantes osseointegrados: cirurgia e prótese. São Paulo, Artes Médicas, 2001. p.63-80.
- 78. TOREZAN, J.F.R. Estudo comparativo entre dois tipos de superfícies de implantes cilíndricos de titânio. Análise histológica e biomecânica em tíbia de coêlhos. Piracicaba, 1998. 145p. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológia - Área de Cirurgia Bucomaxilofacial) - Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas.

- VARGAS, E., BAIER, R.E., MEYER, A.E. Reduced corrosion of CP Ti and Ti-6Al-4V alloy endosseous dental implants after glow-discharge treatment: a preliminary report. Int. J. Oral Maxillofac. Implants., Lombard, v.7, n.3, p.338-344, Fall., 1992.
- VIDIGAL Jr, G.M. *et al.* Análise de três diferentes implantes osseointegrados. Revta. Ass. Paul. Cirurg. Dent., São Paulo, v.47, n.5, p.1135-1139, Set-Out., 1993.
- 81. _____. *et al.* Evaluation of the implant-connection interface using scanning electron microscopy. **Braz. Dent. J.**, Ribeirão Preto, v.6, n.1, p.17-23, Sept., 1995.
- 82. WAGNER, W.C. A brief introduction to advanced surface modification technologies. J. Oral Implantol., v.18, p.231-235, 1992.
- 83. WALLACE, S.S. Beyond osteointegration: a periodontal perspective. OMS 923-7/1990.
- 84. WENNERBERG, A. *et al.* A histomorphometric and removal torque study of screw-shaped titanium implants with three different surface topographies. **Clin. Oral Implants Res.**, v.6, p.24-30, 1995.
- 85. WILLIAMS, D.R. Implants in dental and maxillofacial surgery. **Biomaterials**, Stoneham, v.2, p.133-146,1981.
- 86. WORTHINGTON, P., LANG, B.R., LAVELLE, C.E. Osseointegration in dentistry. Chicago, Quintessence, 1994. P.19.



ŧ

ì

.

MEM1: ME	T000007-g	eral-1	JKV				
Livetime WINDOW LABEL	e = 100 START keV	s END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
C Ka O Ka AlKa SiKa TiKa	.24 .48 1.42 1.68 4.44	.30 .54 1.52 1.78 4.56	4 6 6 7	1735 3470 2239 2119 28349	-29 72 109 181 9631	1.00 1.00 1.00 1.00 1.00	29 .72 1.09 1.82 96.66
	X-RAY Live: Real:	: 0 100 150	- 20 s Pre s	keV set: 100s 33% Dead	Super Remaini	ATW. ng:	0 s
	T i c f f S=	Я S \ i ЧК О	6= 68	5.203 k	:eV 270=	10	.3 > cts
	MEM1:	MET0(10007-	-geral-10KU	ļ.		



MEM1: MET000009-geral-10KV Livetime = 100 s WINDOW START E END WIDTH GROSS NET EFF. %AGE LABEL keV keV CHANS INTEGRAL INTEGRAL FACTOR TOTAL -------------.30 .91 .24 'C Ka 2030 80 1.00 4 .48 .54 O Ka 4 2641 -13 1.00 -.15 4.44 25901 TiKa 4.56 7 8685 99.23 1.00





MEM1: M	ET00000	6-va	le-101	κV				
Livetim WINDOW LABEL	e = START keV	100	s END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
C Ka	.24		.30	4	1566	-54	1.00	72
O Ka	. 48		.54	4	2826	72	1.00	.96
TiKa	4.44		4.56	7	23131	7451	1.00	99.76



.

MEM1: ME Livetime WINDOW LABEL	T000007-va = 100 START keV	le-10KV s END WI keV CH	DTH	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE Total
C Ka O Ka TiKa	.24 .48 4.44	.30 .54 4.56	4 4 7	1872 1838 28885	60 -190 9394	1.00 1.00 1.00	.65 -2.05 101.40
	X-RAY: Live: Real:	0 - 100 s 148 s	- 20 Pres	keV et: 100 32% Dead	Super s Remaini	ATW ing :	0 s
	T i c < .1 FS= MEM1:	HK OS= METOOO	68 007-v	T 5.183 ch Yale-10K	манализионализионализионализионализионализионализионализионализионализионализионализионализионализионализионали кеV а 269=	10 52	-3 > cts

,.....

.

.

.

ŧ

-

MEM1: M Livetim	ET000008 - v	ale-10	KV . 1				
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
C Ka	.24	.30	4	2443	291	1.00	2.43
0 Ka	.48	.54	4	2212	8	1.00	.07
AlKa	1.42	1.52	6	1965	156	1.00	34 45
TiKa	4.44	4.56	7	22263	7385	1.00	61.75
	X-RAY Live: Real:	72 (10(14() - 20)s Pre 5s	keV set: 100s 32% Dead	Super Remaini	ATW ng:	0s
		S i A 1		T i 5. 183	 Millinsonaturaturaturaturaturaturaturaturaturatur		.3 >
	FS=	чк о	S= 68	2.183 ch	269=	59	ets
	MEMI	METO	00008-	vale-10KÜ	. 1		





ANEXQ 11

MEM1: MET000009-vale-10KV . 1 Livetime = 100 s END WIDTH GROSS NET EFF. WINDOW START INTEGRAL FACTOR LABEL keV keV CHANS INTEGRAL -----_ _ _ _ _ _ .24 .30 42 C Ka 2166 - 4 .54 .48 2744 -90 0 Ka 4 6 SiKa 1.68 1.78 3175 88 9339 TiKa 4.44 4.56 7 27749



%AGE

TOTAL

.45

-.96

.94

1.00

1.00

1.00

MEM1: MET(00006-top = 100	po-101 s	cV				
WINDOW ST LABEL	rart keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
C Ka TiKa	.24 4.44	.30 4.56	4 7	2285 27351	189 9008	1.00 1.00	2.06 97.94
	X-RAY: Live: Real:	0 100 148	- 20 s Pre }s	keV set: 100s 32% Dead	Super Remaini	· ATW ng:	0 s
	FS= MEM1:	НК О МЕТО	S= 68 00006-	topo-10kV	270=	65	cts

98

.

-

MEM1: M Livetim WINDOW LABEL	ET000007-t e = 100 START keV	copo-10) s END keV	KV WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
C Ka	.24	.30	4	1754	56	1.00	.71
O Ka	.48	.54	4	2142	-44	1.00	56
AlKa	1.42	1.52	6	2152	85	1.00	1.08
TiKa	4.44	4.56	7	23798	7765	1.00	98.77



MEM1: M	ET00007-	topo-10	KV.1				
Livetin	ie = 10	0 s					
WINDOW	START	END	WIDTH	GROSS	NET	EFF.	%AGE
LABEL	keV	keV	CHANS	INTEGRAL	INTEGRAL	FACTOR	TOTAL
C Ka	.24	.30	4	5672	912	1.00	7.51
0 Ka	.48	.54	4	1442	76	1.00	. 63
NaKa	.98	1.06	5	13420	3383	1.00	27.85
S Ka	2.24	2.34	6	22961	7073	1.00	58.24
TiKa	4.44	4.56	7	2794	701	1.00	5.77



MEM1: MET	000007-top = 100	po-101	KV.2				
WINDOW S LABEL	TART keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
C Ka	.24	.30	4	2891	247	1.00	2.61
0 Ka	.48	.54	4	3540	322	1.00	3.40
NaKa	.98	1.06	5	1607	50	1.00	.52
Caka	3.62	3.74	7	1920	426	1.00	4.49
Tika	4.44	4.56	7	25363	8423	1.00	88.97
	X-RAY: Live:	100) - 20 s Pre	keV set: 100s	Super Remaini	· ATW ng:	0s
	Real:	146	55	32% Dead			
			C A		11.11.11.11.11.11.11.11.11.11.11.11.11.		
	K .1			5.247 v	۶U	10	4 5
			R= 20	աքենա հած Ի լ	272-	21	* 1 ×
	MEM1:	METO	00007-	topo-10KV	. 2	01	CTS

.

ŧ

MEM1: MET Livetime WINDOW S	000008-to = 100 TART	po-10KV s END WIDTH	GROSS	NET	EFF.	%AGE
LABEL	keV	keV CHANS	INTEGRAL	INTEGRAL	FACTOR	TOTAL
C Ka O Ka SiKa	.24 .48 1.68	.30 4 .54 4 1.78 6	1484 2368 1953	44 -14 147	1.00 1.00 1.00	.49 16 1.64
TiKa	4.44	4.56 7	27801	8779	1.00	98.02
	X-RAY: Live: Real:	0 - 2 100s Pr 146s	0 keV eset: 100s 32% Dead	Super Remaini	ATW ing:	0 s
		\$ i +K_DS= 6	5.183 k	 eV 269=	10 53	.3 > cts

ŧ

.




MEM1: MET000009-topo-10KV . 3 Livetime = 100 s WINDOW START EFF. %AGE END WIDTH GROSS NET LABEL keV keV CHANS INTEGRAL INTEGRAL FACTOR TOTAL _ _ _ _ _ _ _ _ ____ _____ .30 .24 C Ka 4 7937 1267 1.00 13.01 .54 3.74 .48 3.62 0 Ka 15738 3134 1.00 32.18 4 7 9913 3606 1.00 37.03 CaKa TiKa 4.44 4.56 7 4828 1731 1.00 17.77



MEM1: MET 000006 - geral Livetime = 100 s									
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL		
C Ka TiKa	. 24 4 . 44	.30 4.56	4.7	553 54050	67 19358	1.00 1.00	.34 99.66		



MEM1: ME Livetime	T 000006	. 1 s					
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
С Ка	.24	.30	4	1318	184	1.00	1.42
O Ka Naka	.48	.54	4	1763	281	1.00	2.17
MgKa	1.20	1.28	5	1130	128	1.00	.10
SiKa	1.68	1.78	6	4768	1303	1.00	10.09
K Ka	3.24	3.36	- 7	1230	177	1.00	1.37
TiKa	3.02	3.74	7	27141	1043 9543	1.00	73.86
FeKa	6.32	6.46	8	854	242	1.00	1.87
	X-RAY	: () - 20	keU	Super	· ATW	
	Live: Real:	100 143)s Pre 3s	set: 100s 30% Dead	Remaini	ng:	0s
		S A i u			· · ·	•	
	C ^{OP} e TINM JIAS	A U			F e		A U Anta Albuman
	< .1 FS= MEM1:	ЧК О МЕТ	S= 100 00000 <i>6</i>	5.203 k) ch 5.1	:eV 270=	10 57	.3 > cts

ş

107



MEM1: MET	000007 -	geral	-					
WINDOW ST LABEL	ART keV	END keV	WIDTH CHANS	GI INTI	ROSS EGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
C Ka TiKa	.24 4.44	.30 4.56	4 7		242 25636	16 9442	1.00	.17 99.83
	X-RAY: Live: Real:	100 129	- 20 Is Pre Is	keV set: 22%	100s Dead	Super Remaini	ATW ng :	0 s
							. uga	
				and Developments				
				ary the back in the	T			
	CT I	R u A	T i					
	FS= L MEM1:N	łK D	5= 100 100002	•لـ ا 1 1	cus k ch eral	270=	29	cts

.

.

.

-

•

MEM1: MET 000007 . 1 Livetime = 100 s WINDOW START END WIDTH GROSS NET EFF. %AGE CHANS LABEL keV keV FACTOR INTEGRAL INTEGRAL TOTAL ____ ------C Ka .24 .30 719 1.00 .18 4 33 TiKa 4.44 4.56 . 7 52635 18223 1.00 99.00 FeKa 6.32 6.46 8 703 151 1.00 .82





;



Livetime WINDOW LABEL C Ka	= 100 START keV .24	S END W keV C	IDTH HANS 4	GROSS INTEGRAL 274 (7706	NET INTEGRAL 14	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Тіка	X-RAY Live: Real:	4.56 100s 145s	- 20 ; Pre	47700 keV set: 100s 31% Dead	Super Remain	r ATW	0s
			,				
~					· •		
				T		,	
		A L					
		R u u	T i				A u
	< .1 FS= MEM1	4K OS: MET O	= 100 00005	5.203 k ch	eV 270=	10 39	.3 > cts

-

t