



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**



JOSÉ RICARDO DE ALBERGARIA-BARBOSA

**ANÁLISE MICROESTRUTURAL DE CINCO
DIFERENTES MARCAS COMERCIAIS DE
IMPLANTES DE TITÂNIO
COMERCIALMENTE PURO**

**Tese apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba - Universidade
Estadual de Campinas, para obtenção do
Título de Professor Livre Docente da Área
de Cirurgia Buco-Maxilo-Facial**

**Piracicaba - SP
- 2000 -**



1150044625



FOP

T/UNICAMP AL14a

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

JOSÉ RICARDO DE ALBERGARIA-BARBOSA

**ANÁLISE MICROESTRUTURAL DE CINCO
DIFERENTES MARCAS COMERCIAIS DE
IMPLANTES DE TITÂNIO
COMERCIALMENTE PURO**

**Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de
Piracicaba – Universidade Estadual de Campinas,
para obtenção do Título de Professor Livre Docente
na Área de Cirurgia Buco-Maxilo-Facial.**

Banca Examinadora: Prof. Dr.

Prof. Dr.

Prof. Dr.

Prof. Dr.

Prof. Dr.

Piracicaba – SP

- 2000 -

DEDICATÓRIA

Aos meus pais **Antônio** e **Nair**, pelo amor e dedicação sem igual e pelo exemplo para minha vida pessoal e profissional

À **Célia Marisa**, minha esposa, e à
Ana Cecília, minha filha, pelas horas
fáceis e difíceis que já passamos juntos e,
pelo amor e carinho que me dedicam, o
que me inspira a ser o que melhor sou:
um ser humano feliz.

AGRADECIMENTOS

Aos professores Doutores **Luís Augusto Passeri, Renato Mazzonetto, Márcio de Moraes e Roger William Fernandes Moreira**, da Área de Cirurgia Buco-Maxilo-Facial da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – Unicamp, pela amizade e companheirismo que tivemos, temos e teremos durante as jornadas em nossa área.

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas, pelas condições oferecidas para a realização desse trabalho de pesquisa.

Ao **Prof. José Tadeu Tesseroli de Siqueira**, que além de colega tanto na Odontologia como na área de pesquisa científica sobre implantes, tem se mostrado um excelente amigo.

À S Serson Implantes – S Serson Internacional, pela prontidão com que fui atendido e pela gentileza com que fui tratado quando da cessão dos implantes para a realização desta pesquisa.

À Sterngold Implamed Dental Implants Systems do Brasil pela atenção dispensada a esta pesquisa, cedendo os implantes para sua realização.

À Conexão – Sistemas de Próteses, pela atenção com que fui tratado e pela cessão dos implantes para a realização desta pesquisa

SUMÁRIO

Resumo.....	01
1. Introdução.....	05
2. Revisão da literatura.....	11
2.1. Osseointegração.....	12
2.2. Biocompatibilidade dos materiais de implantes.....	20
2.3. O titânio comercialmente puro.....	25
2.4. A superfície do implante.....	34
2.5. Presença de contaminantes na superfície.....	40
3. Proposição.....	47
4. Metodologia.....	49
4.1. Método de análise.....	51
4.1.1. Análise para determinação do tamanho dos grãos.....	52
4.1.2. Análise microestrutural da superfície.....	52
4.1.3. Análise microestrutural em corte transversal.....	53
5. Resultados.....	55
5.1. Análise para determinação do tamanho dos grãos.....	56
5.2. Análise microestrutural da superfície.....	59
5.3. Análise microestrutural em corte transversal.....	70
6. Discussão dos resultados.....	76
7. Conclusões.....	87
Referências Bibliográficas.....	90
Anexos.....	112

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo analisar comparativamente 05 sistemas nacionais de implantes de titânio empregados atualmente em odontologia, utilizando-se da análise da superfície do implante através de metalografia, microscopia eletrônica de varredura acoplado à microanálise (MEV-EDS) e analisador de imagens.

Para tanto foram utilizados 15 amostras implantes, divididos em 05 sistemas, contendo 03 unidades cada, de implantes de titânio comercialmente puro pertencentes respectivamente a, Implamed® (Sterngold Implamed Dental Implant Systems do Brasil Ltda) ao S Implant® (S Serson Implant – S Serson Internacional), Master Screw® (Conexão – Sistemas de Próteses), INP® (INP – Sistema Nacional de Implantes e Próteses) e Titanium Fix® (AS Technology).

Cada implante foi removido de seu invólucro, para a realização das análises, de modo que a sua superfície não fosse manipulada e nem contaminada por agentes externos, preservando-se assim as características originais dos fabricantes.

A partir de imagens obtidas através do analisar de imagens determinou-se o tamanho médio dos grãos de cada amostra, sendo

que os implantes Implamed® e Master Screw® apresentaram os grãos de menor tamanho, o Titanium Fix® apresentou grãos de tamanho médio e, os implantes INP® e S-Implant® eram compostos de grãos de tamanho grande.

Através do microscópio eletrônico de varredura acoplado à microanálise (MEV-EDS) foram obtidas micrografias na superfície das amostras, em uma visão panorâmica e junto ao passo e ao topo da rosca. Nesta análise todas as amostras apresentaram picos elevados de titânio, bem como picos de carbono e oxigênio.

Também analisamos as amostras através de um corte transversal, onde podemos verificar que todas elas apresentavam picos elevados de titânio. Entretanto o implante Implamed® apresentava inclusões que continham carbono, oxigênio, ferro, sódio, magnésio, silício, potássio e cálcio.

Frente aos resultados obtidos podemos concluir que: 1) as cinco amostras estudadas são constituídas por titânio comercialmente puro, classe $\alpha + \beta$; 2) todas as amostras possuem um bom acabamento, apesar de pequenos defeitos que algumas apresentaram durante o processo de fabricação; 3) as inclusões presentes na superfície dos implantes são as mesmas encontradas nos outros implantes citados

na literatura e, 4) as variações apresentadas entre as amostras, não seriam suficiente para interferir na osseointegração.

INTRODUÇÃO

1. INTRODUÇÃO

A reabilitação de partes mutiladas do organismo humano é, desde os tempos mais remotos, uma preocupação para o homem. A perda de dentes causada por doenças ou traumas, tem um dos maiores percentuais de relatos de reabilitação, mesmo nas civilizações mais antigas, onde eram feitas tentativas de substituir dentes perdidos através de amarrações de dentes artificiais em dentes remanescentes. Através dos tempos foram criados materiais para a substituição dentária com várias formas de encaixe e fixação.

A odontologia atual se preocupa em restabelecer a morfologia, a função, a comodidade, a estética, a fala e a saúde do sistema estomatognático, independentemente do grau de atrofia, alteração ou lesão do mesmo (**Tatum**, 1988). Como consequência de pesquisas realizadas, ocorreram avanços tecnológicos na área da implantodontia. Houve evolução significativa na forma (desenho), nos materiais e nas técnicas de implantação, o que vem permitindo obter êxitos em sua aplicação, e na atualidade dispomos de diversos tipos de implantes para resolver diferentes problemas clínicos (**Misch**, 1995).

Alguns tipos de implantes funcionavam bem durante anos e outros fracassavam em determinadas etapas, ocasionando um descrédito na implantodontia. Dentre os vários tipos de implantes que surgiram, os intra-ósseos de titânio vêm sendo utilizados com sucesso há mais de 30 anos. O seu êxito se deve a um contato direto entre o osso vital e o titânio à nível de microscopia óptica. Esse fenômeno foi denominado osseointegração (**Branemark et al.**, 1969 e, **Branemark et al.**, 1977).

Esta conexão direta entre osso vivo e o titânio deve suportar condições de carga. Não há, em nível de microscopia óptica, camada de tecido fibroso envolvendo o implante, pois ele está mais próximo de uma raiz dentária anquilosada do que de uma raiz normal (**Worthington et al.**, 1994).

Todos os fatores relacionados ao sucesso da osseointegração e sua manutenção são regidos pelo tecido hospedeiro, pelas condições físico-químicas do metal e pela técnica empregada para a inserção dos implantes (**Sisk et al.**, 1992).

Respeitadas as condições da técnica cirúrgica e aspectos sadios do tecido hospedeiro, fica claro que existem condições específicas do material de implante que determinam o seu sucesso ou insucesso.

Entre elas estão a técnica de fabricação do implante, a composição metalográfica e a descontaminação da superfície (**Kasemo**, 1983).

Para **Kasemo & Lausmaa** (1988a), a especificidade do material, nas interações do implante com os tecidos, deriva primariamente das propriedades da superfície do implante (composição química, microtextura, grau de contaminação, energia de superfície e resistência à corrosão).

Para **Siqueira et al.** (1996) a osseointegração se dá em razão da biocompatibilidade do titânio, que tem sido atribuída à camada de óxido de sua superfície a qual também o torna extremamente resistente à corrosão.

Ratner et al. (1987) diz que a camada de óxido na superfície do implante influencia a reação protéica e celular do mesmo.

Steinemann (1994) cita que o óxido de titânio é mais estável que o metal titânio ou de que seus íons em solução e, que o comportamento químico do implante é determinado por essa camada de óxido e, provavelmente, também o seu comportamento fisiológico.

Brunski (1988) afirmou que os princípios biomecânicos são relevantes no desenho da superfície e padronização dos implantes,

visto que todos eles compartilham de um mesmo propósito que é a restauração da função mastigatória

Ameen et al. (1993) estudaram através de espectroscopia fotoeletrônica por raios x e espectroscopia por massa de ions secundários dois tipos de superfície (usinada e rugosa) de discos de titânio comercialmente puro. Após analisar os resultados concluíram que nos discos de superfícies rugosa foi encontrado contaminação considerável

Hellsing (1997) avaliou a superfície de quatro sistemas de implantes de titânio comercialmente puro disponíveis no mercado (Branemark, 3I, Impla-med e Restore) e, observou que elas apresentaram diferenças consideráveis na composição do óxido de titânio e, também verificou, que todos eles apresentaram baixo teor de contaminação (exceto boro).

As superfícies dos implantes dentários são desenhadas através de tentativas para conseguir o sucesso clínico e, para que se obtenha um protótipo ideal de um implante, deve-se responder as duvidas existentes sobre qual a intensidade de transferência do estresse aos tecidos da interface e as repostas destes tecidos frente a este

estresse. Para tanto deve-se obter implantes livres de contaminantes em suas superfícies (**Torezan, 1998**).

Assim sendo, a microestrutura da superfície dos implantes e a presença de contaminantes assumem um papel fundamental na osseointegração e devem merecer uma atenção especial.

REVISÃO DA LITERATURA

Segundo **Worthington** (1988), os implantes dentais podem ser classificados de acordo com sua posição, seu material constituinte, seu desenho ou forma física. Referente à sua posição, podem receber a denominação de subperiostais, isto é: quando são implantados abaixo do periósteo; transósseos, quando são implantados em toda a espessura da mandíbula; e endósseos, que são os inseridos no interior do tecido ósseo. Segundo **Worthington**, 1988; **English**, 1990; **Nocitti Jr.**, 1994; **Worthington et al.**, 1994, os implantes endósseos são os mais usados atualmente, com maior ênfase aos osseointegrados (cilindros ou parafusos de titânio), sendo que os endósseos do tipo convencional (pinos, agulhas e lâminas), apresentam um número elevado de fracassos, caindo praticamente em desuso.

Com os avanços em diversas áreas de conhecimento humano, da metalurgia, com o surgimento dos biomateriais, o conhecimento da biocompatibilidade e finalmente com o conceito de osseointegração, divulgado por pesquisadores suecos, o uso dos implantes osseointegrados cresceu rapidamente (**Mazzonetto**, 1997).

Um importante fator que contribuiu para este rápido crescimento foram os relatos de Branemark e colaboradores, no final dos anos

setenta e início dos anos oitenta, das suas experiências clínicas sobre implantes de titânio.(**Branemark et al.**, 1969; **Branemark et al.**, 1977; **Adell et al.**, 1981; **Branemark et al.**, 1984). O elevado grau de sucesso relatado (maior de 90% para a mandíbula e maior de 80% para a maxila, para implantes unitários em função por períodos maiores que 15 anos), aumentou a credibilidade para o uso de implantes dentais (**Adell et al.**, 1981; **Adell et al.**, 1985).

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. A habilidade do implante para transmitir essas forças é em grande parte dependente da formação de uma interface osseointegrada que estabiliza o implante em curto período de tempo pós-operatório (3 a 6 meses) e uma vez estável permaneça por um longo tempo (**Kononem et al.**, 1992).

Branemark et al. (1969), foram os primeiros à sugerirem a possibilidade de uma ancoragem direta do metal ao osso, que foi posteriormente denominada pelos mesmos autores de osseointegração, que é definida como sendo o contato direto, estrutural e funcional, entre o osso ordenado e saudável com a

superfície do implante, em nível de microscopia óptica, estável e capaz de suportar as forças mastigatórias (**Branemark et al.**, 1985; **Adell et al.**, 1986; **Albrektsson**, 1988; **Albrektsson**, 1983).

Para **Albrektsson et al.** (1981), **Branemark**, (1983) e **Carlsson et al.** (1986) a osseointegração é definida como uma ancoragem direta do osso a um corpo implantado, o qual pode proporcionar uma fundação para suportar uma prótese, transmitindo as forças oclusais diretamente ao osso. Isto significa que o implante deve ser feito de um material inerte para entrar em contato direto com o tecido ósseo, sem interface de tecido mole.

Tentativas de se definir osseointegração baseadas em um critério histológico fracassaram. Na realidade, biologicamente, não existe evidência de contato completo entre osso e implante, mas sim de maior ou menor quantidade de tecido fibroso. Contudo, em nível de resolução de microscopia óptica, existe evidência adequada para osseointegração, mesmo que não haja consenso para uma definição com base biológicas (**Hobkirk & Watson**, 1996).

Embora exista uma extensa literatura específica que exalte o sucesso dos implantes osseointegrados, existem autores que defendem os chamados implantes fibro-osseointegrados.

Weiss (1986) verificou que em um número significantes de implantes osseointegrados ocorria a formação de um pseudo-ligamento em contato com a superfície do metal, quando este era colocado em função. O autor definiu a fibro-osseointegração como a interposição de tecido colágeno denso e saudável entre o implante e o osso. Esse fenômeno ocorre apenas frente aos sistemas que permitem a presença de um potencial fibro-osteogênico, como por exemplo, nos implantes em forma de espiral e em forma de lâmina. Ainda, segundo este mesmo autor, o desenho em forma de parafuso do sistema Branemark resulta no aparecimento de fibras não osteogênicas de longo comprimento, formando assim um pseudo-ligamento e não um ligamento osteogênico como nos sistema fibro-osseointegrados.

Meffert et al. (1987), compararam a integração dos tecidos moles e duros utilizando implantes cilíndricos de titânio comercialmente puro com três tipos de superfícies: usinada, jateada e com cobertura de hidroxapatita. Os resultados histológicos mostraram que os implantes usinados tinham uma espessa camada de fibras paralelas ao longo eixo do implante. Os jateados apresentaram uma camada mais fina de encapsulamento fibroso que foi se afinando do

primeiro ao décimo mês de observação, chegando quase a se tornar imperceptível. Já os implantes cobertos com hidroxiapatita encontravam-se revestidos por uma densa camada de osso lamelar na maior parte das superfícies examinadas, sem evidências de reabsorção da hidroxiapatita. Os autores então redefiniram o termo osseointegração e o subdividiram em “osseointegração por adaptação”, na qual o tecido ósseo se aproxima da superfície do implante sem qualquer tecido mole interposto, em nível de microscopia óptica; e “biointegração” onde há um contato bioquímico direto entre o osso e a superfície do implante, confirmado na observação em nível de microscopia eletrônica.

Para **Zarb & Albrektsson** (1991) uma definição aceitável para osseointegração deve ser baseada na estabilidade do implante, sendo o processo pelo qual a fixação rígida e assintomática do implante junto ao osso é obtida quando o colocamos em função.

A característica mais importante do processo de osseointegração é que a ancoragem óssea direta pode suportar uma prótese fixa, enquanto que frente a uma interface de tecido mole esta ancoragem óssea direta não existe, sendo necessário um dente suporte para ajudar na estabilização do implante (**Hobo et al.**, 1997).

Os implantes osseointegrados podem suportar uma prótese, e não precisam de dente suporte para que haja uma estabilidade adicional (Branemark, 1983).

A curiosidade científica dos pesquisadores na área de osseointegração, tem sido estimulada com o intuito de permitir que os implantes sejam funcionalmente mais próximos do órgão dentário. Para tanto tornou-se necessário avaliar quais eram os fatores que interferiam sobre o processo de osseointegração. Baseados nisso, muitos pesquisadores tem se empenhado em analisar os casos de insucessos e suas causas, com o intuito de tornar o processo mais eficiente.

Para alcançar um sucesso à longo prazo, um sistema de implantes deve ser capaz não somente de promover a osseointegração primária, isto é, a união direta do implante ao osso livre de forças, como também manter a osseointegração.

Segundo vários autores, os pré-requisitos para se alcançar sucesso na osseointegração primária são: biocompatibilidade e apropriado desenho da superfície do implante, sua implantação através de uma técnica cirúrgica atraumática, uma precisa preparação do sitio receptor do implante, estabilidade mecânica primária do

implante e período de cicatrização livre de cargas. Uma vez alcançada, a manutenção da osseointegração à longo prazo resultará de uma adequada distribuição de cargas, através de um apropriado desenho oclusal, de uma manutenção do selamento mucoso periimplantar e do controle da higiene bucal, feito pelo paciente (Lundskog, 1972; Lavelle, 1981; Chehroudi et al., 1992, Boyne & Herford, 1994).

Ducheyne & Healy (1988), afirmaram que o sucesso de qualquer tipo de implante depende de seu tamanho, propriedades de superfície, do sítio de implantação, do trauma tecidual durante a cirurgia e do movimento na interface entre o osso e o implante.

Para **Albrektsson et al.** (1981) as reações existentes na interface entre o implante e o tecido são influenciadas pela técnica cirúrgica, pelo estado de saúde do leito receptor, pela biocompatibilidade do metal, pelo tipo de superfície do implante e pelas condições de carga transmitidas ao implante.

Para **Hobo et al.** (1997) os fatores-chave que influenciam o sucesso da osseointegração são: as características do material, o desenho da superfície do implante, prevenção da excessiva produção

de calor durante a perfuração óssea e manutenção dos implantes dentro do osso sem forças ou cargas oclusais sobre ele.

2.2. Biocompatibilidade Dos Materiais De Implantes

Sabemos que materiais estranhos ao organismo podem causar reações teciduais de diferentes graus de intensidade. A biocompatibilidade dos implantes é um dos principais fatores que podem influenciar no sucesso da osseointegração (**Albrektsson et al., 1981**).

Segundo **Schroeder et al. (1994)**, a biocompatibilidade pode ser definida como a compatibilidade de qualquer material aloplástico com um organismo vivo e, que deve haver vários graus de biocompatibilidade, até porque pode ser que a biocompatibilidade absoluta seja uma utopia.

As características da biocompatibilidade dos biomateriais utilizados para substituir ou aumentar os tecidos biológicos tem sido motivo de constante preocupação tanto para a medicina como para a odontologia (**Lemons & Phillips – 1995**).

Antigamente, os materiais para implantes eram fabricados à partir de substâncias inertes, que usualmente levavam à um

encapsulamento fibroso em torno deles (**Lemons, 1990**). Todavia, pela sua definição, a osseointegração requer uma ausência de camada fibrosa e implica que a resposta biológica do osso não fique inerte frente ao material estranho, mas que gere uma integração do material com esse osso, como se ele fizesse parte do organismo (**Meffert, et al., 1992**).

Os materiais para implantes, podem ser classificados biologicamente, segundo a resposta tecidual e efeitos sistêmicos em 3 categorias de biomateriais: biotolerados, bioinertes e bioativos (**Liu et al., 1995**). Os materiais biotolerados, como o polimetacrilato (PMMA), são normalmente caracterizados por uma fina interface de tecido fibroso, resultante de irritação provocada aos tecidos adjacentes pelos produtos químicos liberados pelo processo de oxidação. Os materiais bioinertes, como o titânio e o óxido de alumínio, são caracterizados por contato direto com o osso, ou osseointegração, na interface, sob condições mecânicas favoráveis. A obtenção da osseointegração é devido a superfície do material ser quimicamente não reagente com os tecidos adjacentes e fluídos corporais. Já os materiais bioativos, como a cerâmica de fosfato de cálcio, têm a interface osso/implante caracterizada pela ligação química direta do implante com o osso

adjacente, causada pela presença de cálcio livre e compostos de fosfato na superfície do implante (**Jarcho**, 1986; **Lemons**, 1990; **Cook & Dalton**, 1992).

Segundo **Cook & Dalton** (1992), os biomateriais mais comumente utilizados para os implantes dentais são os metais e suas ligas. O titânio comercialmente puro e a liga titânio-alumínio-vanádio (Ti-6Al-4V), são mais freqüentemente usados para implantes endósseos e a liga cromo-cobalto-molibidênio (Co-Cr-Mo) para implantes subperiostais. Em adição, a cerâmica de fosfato de cálcio, particularmente a hidroxiapatita, tem sido utilizada na sua forma monolítica, como material de reconstrução ou aumento de rebordos alveolares e como coberturas de superfícies bioativas em alguns tipos de implantes endósseos (**Meffert**, 1986; **Wagner**, 1992).

Laing et al. (1967) avaliaram as reações teciduais adjacentes aos implantes metálicos colocados na musculatura paraespinal de coelhos. Os metais empregados nesse estudo foram diferentes tipos de aço inoxidável, ligas de níquel, ligas de cobalto, ligas de titânio, titânio puro, ligas de zircônio, zircônio puro e alumínio. Os resultados mostraram reações teciduais que variavam de uma violenta reação inflamatória, como nos casos do níquel e do cobalto, até uma discreta

reação por parte de outros metais. Os metais que já eram utilizados como implantes cirúrgicos, entre eles o titânio comercialmente puro, apresentaram uma boa resposta tecidual e formaram uma pseudo-membrana ao redor do implante. Segundo os autores o titânio e algumas ligas apresentaram evidências de serem materiais confiáveis para a produção de implantes cirúrgicos.

Hobkirk & Watson (1996) disseram que a razão do titânio comercialmente puro e alguns outros tipos de metais serem bem aceitos pelo osso, está relacionada a camada de óxido superficial auto-formador e muito aderente, que confere uma excelente resistência à corrosão. Quando comparadas ligas de titânio com o titânio comercialmente puro, observa-se uma formação óssea na interface osso-implante menos satisfatória nas ligas. Uma grande preocupação com essas ligas é a possibilidade de um de seus componentes se desintegrar em grande quantidade, provocando efeitos colaterais locais e sistêmicos.

A avaliação de diferentes materiais resultou na escolha do titânio como o eleito para a utilização como implante metálico em função da propriedade de se combinar com o oxigênio do ar formando uma

película de óxido de titânio responsável por sua biocompatibilidade (**Santos, 1997**).

Segundo **Willians (1981)** e **Ducheyne (1988)** a resposta biológica favorável com relação aos materiais de titânio é devido a limitada liberação de íons do material, a estabilidade dos complexos que se formam quando a liberação ocorre e os efeitos biológicos limitados dos íons.

Atualmente os implantes de titânio comercialmente puro, (99,75% de titânio, 0,05% de ferro, 0,10% de oxigênio, 0,03% de nitrogênio, 0,01% de carbono e 0,06% de outro componentes) são os mais utilizados em implantodontia. Quando o titânio entra em contato com o ar, forma-se imediatamente uma camada de óxido, com espessura entre 50-100 Å (**Albrektsson et al., 1981; Albrektsson et al., 1983; Kasemo, 1983; Parr et al., 1985**). Quando a região implantada está devidamente cicatrizada sobre o implante, a camada de óxido é circundada por uma camada de glicoproteínas e uma camada calcificada de aproximadamente 100 Å de espessura. Antes da colocação do implante no osso, a superfície do titânio deve ser mantida estéril, e o contato com outros metais ou substâncias protéicas deve ser totalmente evitado (**Hobo et al., 1997**).

2.3. O Titânio Comercialmente Puro

O titânio foi descoberto em 1791 por William Gregor quando investigava a areia magnética (menachanite) existente em Menacha na Cornualha. Na época, Gregor denominou o novo material de “Menachanin”. Três anos mais tarde, Klaproth descobriu o que supunha ser uma nova terra no rutilo. Chamou-lhe “Titânio”(do latim *titans*, os filhos da Terra) e mostrou que era idêntico ao “menachanin” de Gregor. O metal foi pela primeira vez isolado numa forma impura por Berzelius em 1835. Em 1910, Hunter preparou o titânio puro aquecendo tetracloreto de titânio e sódio numa bomba de aço (Titanex, 2000).

O composto de titânio mais importante sob o ponto de vista industrial é o dióxido de titânio que, pela sua extrema brancura e elevada reflectância, encontra largo uso como pigmento na fabricação de tintas, lacas, esmaltes, papel, borracha, têxteis, plásticos, cerâmicas e cosméticos. Por ser comprovadamente um composto não tóxico tem sido empregado atualmente em medicina e odontologia (Titanex, 2000).

O titânio é um elemento químico extensamente presente na forma de óxidos e muito disperso na crosta terrestre, sendo o nono

elemento mais abundante e o terceiro em utilização na metalurgia, depois do alumínio e ferro. Devido a alta afinidade com o oxigênio, o nitrogênio e o hidrogênio, a sua produção e refinamento são extremamente complexas e com custo elevado (**Lualdi & Minen**, 1987; **Wang & Fenton**, 1996).

À temperatura ambiente, o titânio metálico possui uma estrutura hexagonal compacta fechada, chamada fase alfa (α), a qual passa por uma transformação cristalina, por volta de 882°C, tornando-se uma estrutura cúbica de corpo centrado, chamada fase beta (β), que torna-se estável até o ponto de fusão do metal em torno de 1.660°C. Portanto, do ponto de vista metalúrgico, as ligas de titânio podem ser divididas em três classes: alfa, beta e alfa + beta (**Mazzonetto**, 1997).

As ligas alfa são soldáveis, desenvolvem uma boa resistência mecânica, dureza e resistência superior para contaminação a elevadas temperaturas, mas tem relativa baixa plasticidade, apresentando dificuldades técnicas para a elaboração de peças por processos de deformação, tais como: estamparia e forjaria (**Schutz & Thomas** (1987).

As ligas beta são geralmente sujeitas ao tratamento térmico, apresentando-se, em geral, muito duras e frágeis (**Schutz & Thomas** (1987).

As ligas alfa + beta pode sofrer tratamento térmico, mas são facilmente trabalhadas a partir da liga alfa e possuem elevadas propriedades mecânicas e resistência à corrosão. Ligas para aplicações de engenharia são trabalhadas na região alfa + beta do diagrama de fases em condições para dispersar a estrutura e distribuir a fase alfa em forma finamente divididas (**Schutz & Thomas**,1987 e **Boyer**, 1992).

O titânio comercialmente puro tem sido usado com sucesso há vários anos como um biomaterial pois este metal possui excelente biocompatibilidade, resistência a corrosão e boas propriedades mecânicas (**Ida et al.**, 1983; **Taira et al.**, 1989). O titânio puro (**Ida et al.**, 1985; **Yamauchi et al.**, 1988), bem como as ligas de titânio (**Anderson et al.**, 1989; **Bergman et al.**, 1990; **Nilson et al.**, 1994) têm sido produzidos para aplicações clínicas na odontologia. Nos últimos 10 a 15 anos, a tecnologia, na produção de titânio e de suas ligas, tem se desenvolvido continuamente e atualmente temos um biomaterial refinado para uso odontológico (**Watanabe et al.**, 1997).

As propriedades físicas e mecânicas do titânio puro e das ligas de titânio podem ser variadas através da adição de pequenos traços de outros elementos tais como o oxigênio, ferro e nitrogênio. (**Wang & Fenton, 1996**).

O titânio comercialmente puro, foi avalizado em quatro diferentes graus (I a IV) pelas ASTM (American Society of Testing and Materials), que se baseou na incorporação de pequenas quantidades de oxigênio, nitrogênio, hidrogênio, ferro e carbono durante os processos de produção (**Donachie, 1984**), (Tabela 1).

Tabela 1 – Limites máximos de impurezas do titânio comercialmente puro

Limite Máximo de Impurezas (%)					
Tipo	N	Fe	O	C	H
ASTM grau I	0,03	0,20	0,18	0,10	0,15
ASTM grau II	0,03	0,30	0,25	0,10	0,15
ASTM grau III	0,05	0,30	0,35	0,10	0,15
ASTM grau IV	0,05	0,50	0,40	0,10	0,15

Baseado em **Donachie** (1984) - ASTM – American Society for Testing and Materials

O titânio, razoavelmente abundante na natureza, é encontrado na sua maior parte na forma de dióxido de titânio (TiO_2) ou inemita (FeTiO_3). As duas formas de titânio utilizadas para implantes dentais são o titânio comercialmente puro e a liga Ti-6Al-4V. Essas ligas são basicamente ligas de titânio e oxigênio adicionados, por exemplo, de outros elementos como o alumínio, ferro, nitrogênio e carbono, sendo que as propriedades mecânicas podem variar, dependendo do tipo de liga (**Lautenschlager & Monaghan, 1993**).

O titânio comercialmente puro e as ligas de titânio são metais de baixa densidade, tendo propriedades químicas que os indicam para o uso na implantologia. Possuem alta resistência à corrosão, atribuída a camada de óxido que se forma na superfície, quando em contato com o ar e fluídos tissulares, criando uma superfície quimicamente não reativa aos tecidos adjacentes (**Cook et al., 1988a; Cook et al, 1988b; Cook & Dalton, 1992**). Mas, a formação desta camada de óxido ocorrerá dependendo do processo de manufatura e usinagem, para evitar contaminantes que prejudicariam o seu desempenho. (**Branemark, 1985; Doundoulakis, 1987**).

Para **Steinemann (1994)** o titânio tem sido usado para o tratamento de fraturas (na ortopedia) por mais de 20 anos, sem

documentação de nenhum caso de incompatibilidade. Para este autor existem boas razões para considerar esse material como sendo ideal para os implantes dentários:

- 1) O titânio é um metal reativo que ao entrar em contato com o ar, a água ou qualquer outro eletrólito forma um óxido espontaneamente sobre a sua superfície. Esse óxido é um dos minerais mais resistentes de que se tem conhecimento, formando uma película que protege o metal do ataque químico, inclusive dos líquidos tissulares;
- 2) O titânio é “inerte” aos tecidos. A película de óxido em contato com o tecido é praticamente insolúvel, portanto, não liberando íons que possam reagir com as moléculas orgânicas;
- 3) O titânio possui boas propriedades mecânicas. Sua resistência tensiva é muito próxima da do aço inoxidável, usado para os implantes cirúrgicos que apoiam carga. O titânio, também é muitas vezes, mais forte do que o osso cortical ou a dentina, permitindo assim, os implantes dentários mais delgados que, no entanto, são capazes de suportar grandes cargas. Igualmente importante é o fato de que o metal é duro e maleável, o que o torna insensível às cargas

de choque e assegura que o implante, bastante sobrecarregado ceda, mas não quebre.

- 4) O titânio não se comporta simplesmente de forma passiva nos tecidos e no osso. O osso cresce na superfície e liga-se ao metal, através de uma reação que normalmente é atribuída apenas aos chamados materiais bioativos. Essa ancoragem anquilótica, geralmente denominada de osseointegração, forma a melhor base possível para um implante dentário funcional, pois pode suportar todos os tipos de carga possível.

A excepcional resistência à corrosão do titânio limita a liberação de elementos metálicos no interior dos tecidos. A degradação do titânio é de suma importância quando se analisa a influência do implante nas respostas biológicas. Mesmo que a camada de óxido que se forma na superfície do metal proteja contra a corrosão, não se pode prevenir completamente a liberação de elementos dentro do organismo. Similarmente, a cobertura do implante com hidroxiapatita, por exemplo, também não pode prevenir toda a dissolução dos elementos metálicos. Dados na literatura também sugerem que a resposta biológica é diferente entre o titânio comercialmente puro e

suas ligas (Michel, 1987; Ducheyne, 1988; Albrektsson et al., 1983; Wataha, 1996).

Kasemo & Lausmaa (1988a, 1988b), afirmaram que um metal perfeitamente puro M, quando exposto ao ar, formará em menos de um segundo, o óxido M_xO_y , onde x e y são números relativos à composição deste óxido. No caso do titânio, a relação deste óxido será de 1:1-2. No caso dos implantes de titânio comercialmente puro, a camada de óxido de titânio cessará de crescer quando atingir a espessura entre 1 a 10 nanômetros, não considerando esta superfície contaminada.

A natureza do óxido na superfície dos implantes de titânio depende crucialmente das condições durante a oxidação e do subsequente tratamento do implante. Os implantes são fabricados à partir de titânio puro, o qual toma forma por cuidadosa manufatura controlada. Durante o processo, o metal é exposto ao ar e se oxida rapidamente. A natureza do óxido da superfície irá depender das condições de fabricação, como por exemplo a pressão e a velocidade. Durante os passos subsequentes de preparação, que são a limpeza ultra-sônica e a esterilização, a superfície do óxido irá se modificar. Especialmente durante a esterilização por autoclave, o óxido irá sofrer

um leve crescimento em elevada temperatura e umidade do ar. A autoclavagem poderá também causar a incorporação de radicais OH na superfície do óxido (**Branemark, 1985; Doundoulakis, 1987**).

Ratner et al. (1987) afirmaram que a camada de óxido na superfície do implante influencia a reação protéica e celular do mesmo. Assim, a superfície do implante assume um papel fundamental na osseointegração e a presença de contaminantes tem recebido uma atenção especial.

Clinicamente, o óxido de titânio é muito estável, inerte e, não se quebra sob condições fisiológicas. **Albrektsson & Lekholm (1989)**, afirmaram que a superfície do titânio irá perder essa passividade quando contaminada e que o óxido irá mudar sua composição, sendo que a resposta inflamatória irá resultar em um tecido de granulação similar ao processo de organização, que levará, invariavelmente à perda da osseointegração.

2.4. A Superfície Dos Implantes

A análise da superfície dos implantes é altamente relevante principalmente porque a especificidade do material nas relações implante-tecido deriva primariamente das propriedades de superfície como a composição química, microestrutura, resistência à corrosão, textura, grau de limpeza e energia de superfície (**Kasemo & Lausmaa, 1986**).

Análises da superfície do implante são necessárias para que uma dupla exigência seja garantida. Primeiro, os materiais do implante não podem afetar adversamente os tecidos locais, sistemas e funções orgânicas. Segundo, o meio ambiente *in vivo* não pode degradar o implante e comprometer sua função à longo prazo (**Albrektsson & Albrektsson, 1987**).

Kasemo & Lausmaa (1986), afirmaram que os aspectos físicos e químicos da superfícies são a base para a discussão do grau de biocompatibilidade de diferentes tipos de implantes.

Já **Baier et al. (1984)**, **Kohn (1992)** e **Shafer et al. (1995)**, afirmaram que as propriedades da superfície dos implantes são significativamente importantes para a resposta biológica que o material irá desencadear no organismo.

Segundo **Branemark** (1985), um dos princípios básicos para se obter osseointegração é uma precisão da superfície em nível macroscópico e microscópico do implante e como ela se relaciona com os tecidos hospedeiros.

Para **Baro et al.** (1986) a caracterização da topografia da superfície dos implantes de titânio comercialmente puro é importante para que se possa entender as respostas teciduais que ocorrem junto a interface osso-implante.

Ducheyne & Healy (1988), afirmaram que a análise da superfície em implantodontia 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.

As características da superfície de um implante são fundamentais para o sucesso à curto e longo prazo. Os parâmetros-chaves para a avaliação do material e superfície do implantes são a tensão superficial, a composição química e estabilidade, a espessura da cobertura da superfície e a resistência à corrosão (**Hulth**, 1980; **Perri de Carvalho**, 1992).

Estudos desde os anos 1960 têm demonstrado a influência da topografia do implante na migração e conexão celular. A distinção é necessária entre os efeitos da microestrutura e macroestrutura. É bem conhecido que o crescimento ósseo dentro da irregularidade ou porosidade de apropriado tamanho na superfície resulta em uma integração óssea e fixação do implante e, superfícies mais lisas resultam em formação de tecido fibroso, talvez por influência da micromovimentação (Kuntschner, 1967; Brunski & Skalak, 1992).

Segundo **Edwards & Gold** (1992) e **Hobkirk & Watson** (1996), a superfície dos implantes é um parâmetro na integração do hospedeiro com o implante. Muitas estratégias podem ser usadas para se obter essa integração, como a aplicação de roscas ou poros na superfície do implante. A maioria destas alterações todavia, irá levar à um aumento da área da superfície total do implante, a qual poderá influenciar a resposta inflamatória sobre ele, daí a importância da escolha de um material biocompatível.

Wennerberg et al. (1993) estudaram as características das superfícies de 13 diferentes sistemas de implantes endósseos de titânio comercialmente puro disponíveis no mercado (oito cilíndricos e cinco parafusos), através de imagens visuais do programa de

TopScan. Verificaram que havia diferenças na microestrutura das superfícies até mesmo entre os implantes do mesmo fabricante, sendo que ocorria, as vezes, irregularidades inerentes ao processo de fabricação. Concluíram que embora vários estudos tenham sugerido que uma superfície rugosa é preferível no processo de osseointegração, não se pode desconsiderar conseqüências negativas que possam ser provocadas pelas irregularidades na superfície produzidas durante o processo de fabricação.

Para **Aparicio & Olivé** (1997) a composição química e a topografia de uma superfície de implante determinam a resposta do sistema imunológico do indivíduo receptor.

Segundo **Ong et al.** (1996) a topografia da superfície representa um papel crítico na interação dos implantes dentais com os tecidos hospedeiros.

Segundo **Kasemo & Lausmaa** (1988a; 1988b), **Liefeith et al** (1998) e **Cochran** (1999) a especificidade do material nas interações substrato-tecido deriva primariamente das propriedades da superfície do implante (composição química, microestrutura, grau de contaminação, energia de superfície, textura e resistência à corrosão).

Henry (1987) comparou com o uso de microscópio eletrônico e análise espectral a microestrutura da superfície de dois sistemas de implantes osseointegrados, um de titânio comercialmente puro (Biotes System) e outro da liga Ti-6Vl-4V (Core-Vent Implant System). Os resultados sugeriram que os implantes de titânio comercialmente puro eram superiores ao outro em termos de qualidade de superfície, definição e reproducibilidade.

Smith et al. (1991) realizaram um estudo da superfície das ligas Ti6Al4V, Co-Cr-Mo e Al₂O₃ e da hidroxiapatita, utilizados em implantes dentais, através de espectroscopia de superfície. Verificaram diferentes respostas teciduais frente às superfícies analisadas e concluíram que a resposta tecidual frente as superfícies dos implantes pode envolver fatores físicos e químicos.

Taborelli et al. (1997) analisaram as propriedades físico-químicas das superfícies da lâminas de titânio comercialmente puro submetidas a polimento mecânico, ataque ácido, jato de areia, plasma-spray de titânio. Foram pesquisadas as microrrugosidades da superfície e a composição química, sendo que esta última não sofreu nenhuma alteração que poderia ter sido provocada pelos tratamentos.

Observaram que os diferentes tratamentos empregados influenciaram quanto ao tipo de rugosidade da superfície.

Sawase et al. (1998) estudaram as características das superfícies de três sistemas de implantes osseointegráveis (Branemark, IMZ, ITI), através da espectroscopia eletrônica por raios X e, verificaram que apesar destes implantes apresentarem clinicamente uma osseointegração similar, era possível sugerir que eles interagiam de forma diferente com o tecido ósseo.

Parsegian (1983) considerou que a superfície metálica dos implantes é na verdade uma camada de óxido de titânio altamente polarizada. Em consideração teórica, sugeriu que uma das possibilidades da formação de tecido ósseo em íntimo contato com o implante pode se dar pela adsorção de ions de cálcio positivos e de fosfatos negativos, do meio fisiológico circulante, na superfície altamente dipolar da camada de óxido. O autor relatou ainda que, provavelmente, esse processo pode ser comprometido por impurezas acumuladas na superfície do implante.

Baier et al (1982) estudaram o efeito da esterilização em autoclave em placas de germânio e de liga de cobalto-cromo-molibdênio. Os resultados indicaram que o processo comprometia a

superfície destes materiais com a deposição de sais, além de uma camada orgânica hidrofóbica.

2.5. Presença De Contaminantes Na Superfície

Kasemo e Lausmaa (1986), afirmaram que um dos fatores preponderantes para a obtenção da osseointegração, é a limpeza química e mecânica da superfície do implante, para remoção de partículas estranhas, como limalha, lascas metálicas e outros tipos de contaminantes

Edwards & Gold (1992), afirmaram que um fator crucial que influencia no sucesso da osseointegração e que é de importância paralela para o clínico, porque está fora de seu controle, é a limpeza da superfície do metal.

Hoje já se sabe que os biomateriais aloplásticos devem ser mecânica e quimicamente limpos. No entanto, este fator fundamental para uma adequada biocompatibilidade depende da massa básica e das propriedades superficiais destes biomateriais. Para se garantir uma adequada limpeza, tem que se controlar adequadamente todos os aspectos da fabricação, do acabamento, da embalagem, da esterilização, da distribuição e da aplicação (incluindo-se a cirurgia).

Convém insistir sempre na importância destas considerações na teoria e na prática da osseointegração dos sistemas de implantes osseointegrados (**Schroeder et al.**, 1994).

A presença destes contaminantes deve ser investigada. As superfícies do titânio comercialmente puro parecem carregar contaminantes orgânicos, os quais começam a se acumular na superfície logo após a formação da camada de óxido. A espessura dos contaminantes é variável e não muito pesquisada, mas provavelmente é menor que 9Å. Os contaminantes podem também estarem incorporados dentro da camada de óxido (**Edwards & Gold**, 1992; **Ameen et al.**, 1993).

Estudos espectroscópicos na superfície mostram que a camada externa de poucos nanômetros exibe uma composição variável, que é dependente não somente da composição total, mas também da fabricação, processamento, esterilização e manuseio do implante (**Smith et al.**, 1991 e 1992).

Cox & Smith (1985) analisaram as superfícies de oito implantes osseointegráveis e encontraram níveis significantes de nitrogênio, sódio, cloro, potássio, cobre, chumbo e contaminantes orgânicos, além

de baixos níveis de boro, flúor, magnésio, alumínio, silício, cálcio, cromo e ferro.

Kononem et al. (1992), Ameen et al. (1993) e Olefjord & Hansson (1993) detectaram a presença de muitos elementos inorgânicos nas superfícies das ligas, incluindo o cálcio, sódio, sílica, potássio, magnésio, alumínio, ferro, zinco e chumbo. Os hidrocarbonetos são os contaminantes orgânicos mais comuns. Também, são verificados contaminantes incorporados durante a manufatura, procedimentos de esterilização, exposição ao ar da sala de lubrificantes usados na maquinaria.

Doundoulakis (1987) avaliou o processo de limpeza das superfícies de 50 discos de titânio, antes e depois de 5 diferentes métodos de esterilização. Após esterilização por calor em pérolas de vidro encontrou partículas contendo silício, cálcio e enxofre. Quando utilizou-se a autoclave foram encontradas inclusões contendo ferro e contaminação orgânica. Com o calor seco observou alguns aderentes orgânicos. Nos outros dois métodos (radiação ultravioleta e tratamento com radiofrequência) não observaram nenhuma inclusão (superfícies limpas).

Keller et al. (1990) realizaram uma contribuição ao estudo da caracterização das superfícies dos implantes, utilizando discos de titânio. Todos eles foram polidos, imersos em acetona, lavados em água bidestilada, submetidos a um banho de ácido nítrico (HNO_3) a 30% por 30 minutos e lavados em água bidestilada por 20 minutos. O objetivo do estudo foi avaliar a influência de 3 métodos de esterilização: autoclave, óxido de etileno e imersão em etanol. Concluíram que não houve alteração do pH das superfícies em nenhum dos métodos utilizados. No entanto, os discos submetidos a autoclavagem foram os mais severamente afetados com depósitos macroscópicos na superfície e contaminação por ferro e cloro.

Klauber et al. (1990) realizaram um estudo para caracterizar a contaminação da superfície e medir a espessura da película de óxido de seis marcas de implantes comercializados nos Estados Unidos da América, utilizando um método de espectroscopia. As marcas foram numeradas de 1 a 6, sendo: 1) Core-Vent, 2) Screw-Vent, 3) Osseodent, 4) Steri-oss, 5) Imz e 6) Branemark. Todos os implante exibiram variados níveis de contaminação de carbono e sódio. Também foi observada a presença de nitrogênio, flúor, magnésio, silicone, cloro, cálcio, manganês, estanho, prata e arsênio em alguns

implantes. As marcas 4, 5 e 6 apresentaram as superfícies menos contaminadas, enquanto que para as marcas 1, 2 e 3 o alto nível de carbono foi creditado ao manuseio antes de ser embalado. Os implante 1, 2 e 3 apresentaram também um alto nível de silicato na superfície. Os autores sugeriram que alguns contaminantes podem ser resultado da incorporação de sais no processo de lavagem, bem como lavagem inadequada no caso do flúor após o banho com ácido fluorídrico.

Segundo **Edwards & Gold** (1992), não de forma surpreendente, a natureza e a profundidade dos contaminantes variaram de acordo com o fabricante.

Vidigal Jr. et al. (1993), afirmaram, após estudo em microscopia eletrônica de varredura, que o método de preparo e limpeza da superfície, podem ser responsáveis por alterações nesta, em diferentes sistemas de implantes, bem como pela presença de contaminantes de diferentes origens.

Vidigal Jr et al. (1993) compararam com o auxílio do microscópio eletrônico de varredura, as superfícies dos implantes TF, SR-Press e Screw-Vent, obtendo resultados que apontaram para o fato de haver diferenças marcantes no grau de limpeza e acabamento

deste três implantes, sendo que apenas o Screw-Vent não apresentou contaminantes em sua superfície. A presença de outros elementos além do titânio e oxigênio caracterizaram uma superfície contaminada, provavelmente durante o processo de manufatura e limpeza dos mesmos

Existem evidências de que superfícies limpas possuem alta energia e levam a fortes interações biológicas, promovendo integração com os tecidos (**Kasemo & Lausmaa, 1988a**). Ao contrário, superfícies contaminadas apresentam baixa energia, levando a uma pobre integração tecidual (**Kasemo & Lausmaa, 1986**).

Binon et al., (1997) analisaram comparativamente quatro sistemas de implantes osseointegráveis de titânio comercialmente puro (Nobelpharma, Swede-Vent, Osseodent e Implant Innovations) concluindo que os implantes que apresentaram menores índices de contaminação foram os Osseodent, seguidos, por ordem de menor contaminação, pelos Nobelpharma, Implants Innovations e por último pelos Swede-Vent. Os autores defendem um protocolo industrial em se que promova como rotina uma análise consistente da superfície dos implantes, visando assegurar ao mercado consumidor um material biologicamente aceitável para implantação.

Olefjord & Hanson (1993) analisaram a contaminação de superfície de quatro sistemas de implantes de titânio comercialmente puro (Astra dental implant system, Branemark system, Screw-Vent e D-IMZ), concluindo que as superfícies destes implantes foram contaminadas com combinações orgânicas e inorgânicas e, que o tratamento de superfície, esterilização e manipulação dos implantes deveriam ser executados de forma que se pudesse evitar as contaminações inorgânicas. Foram encontrados traços de cálcio, zinco, silicone e em um implante de uma das amostras, foi encontrado flúor.

A Sociedade Americana para Testes e Materiais (ASTM), em sua especificação F86 (1991) descreve as características de superfícies aceitáveis para implantes cirúrgicos. Considera que os implantes devem estar isentos de imperfeições e defeitos, além da ausência de materiais depositados durante o acabamento e outros contaminantes indesejáveis, indicando um método de limpeza com solventes orgânicos, compostos alcalinos e tratamento de superfície com ácido nítrico para assegurar a condição de passividade do metal.

PROPOSIÇÃO

3. PROPOSIÇÃO

O propósito deste estudo foi o de realizar uma análise comparativa de cinco marcas comerciais de implantes de titânio comercialmente puro, empregadas atualmente em odontologia, utilizando-se de análise da superfície do implante através da microscopia eletrônica de varredura acoplada a microanálise (MEV-EDS), análise microestrutural em corte transversal e análise do tamanho dos grãos.

METODOLOGIA

4. METODOLOGIA

No presente estudo foram analisadas 15 amostras de implantes de titânio comercialmente puro, do tipo parafuso, com 3,75mm de diâmetro por 10 mm de comprimento divididos em 05 lotes, contendo 03 unidades cada, pertencentes respectivamente: Implamed® (Sterngold Implamed Dental Implant Systems do Brasil Ltda), Master Screw® (Conexão – Sistemas de Próteses), Titanium Fix® (AS Technology), INP® (INP – Sistema Nacional de Implantes e Próteses) e S Implant® (S Serson Implant – S Serson Internacional)(Tabela 2).

As técnicas empregadas neste trabalho foram: metalografia, microscopia eletrônica de varredura acoplada à microanálise (MEV-EDS) e analisador de imagem. As amostras foram entregues ao Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM) – UFSCar / Unesp, recebendo então identificações alfanuméricas para que o analisador não pudesse identificar o fabricante. (Tabela 2.)

Tabela 2. Marca comercial e quantidade de implantes que foram utilizados

Marca Comercial	Implamed	Master Screw	Titanium Fix AST	INP	S-Implant
Quantidade	03	03	03	03	03
Identificação CCDM	MET000006	MET000007	MET000008	MET000009	MET000010

4.1. Método de Análise

Inicialmente cada implante foi removido de seu invólucro, utilizando-se pinças plásticas e luvas, de modo que sua superfície não fosse manipulada e nem contaminada por agentes externos, preservando-se assim as características originais dos fabricantes. Foram realizadas: análise para determinação do tamanho dos grãos, análise das superfícies, com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura acoplado a microanálise (MEV-EDS), para verificar a existência de inclusões, defeitos e porosidade nessa região, análise microestrutural em corte transversal.

4.1.1. Análise para determinação do tamanho dos grãos

Para determinação do tamanho dos grãos, utilizou-se um microscópio LEICA acoplado a um analisador de imagens com software Quantimed 600 e a norma ASTM E 112-95 "Standart Test Methods for Determing Average Grain Size. O aumento utilizado foi de 200 vezes.

Para que se realizasse esta análise, um implante de cada marca comercial foi cortado na transversal e preparado, como descrito no item 4.1.3.

Também forma utilizados os recursos do MEV-EDS para verificar a existência de inclusões, defeitos e porosidade na região transversal das amostras.

4.1.2. Análise Microestrutural da Superfície

Para a análise da superfície, um implante de cada marca comercial foi selecionado ao acaso e posicionado sobre um porta-amostras e presos à este com adesivo condutor a base de prata. A seguir, sua superfície foi analisada em um microscópio eletrônico de varredura acoplado a microanálise (MEV-EDS), no modo de elétrons

secundários, com uma aceleração de 15 kV, e distância média de 29 milímetros.

Foram analisadas áreas próximas ao passo de rosca (alma) e topo das roscas de cada implante, em aumentos de 500 vezes.

4.1.3. Análise Microestrutural em Corte Transversal

Um implante da cada marca comercial foi cortado na transversal por um “cut-off” (cortadeira elétrica), sob refrigeração e com disco diamantado, embutidos em resina cura frio, lixados em lixadeira automática, numa seqüência de lixas (240, 320, 400 e 600 mesh), polidos em politriz automática com alumina em solução à 0,1 e 0,05 μm e finalmente atacado quimicamente com uma solução de 3 ml de HCL (concentrado), 5 ml de HNO_3 (concentrado), 2 ml de HF (40%) e 190 ml de H_2O destilada, para revelar os grãos da microestrutura. Após estes procedimentos, é feito um banho superficial com ouro para melhorar o contato com a analisador de imagens. (Fig. 2)

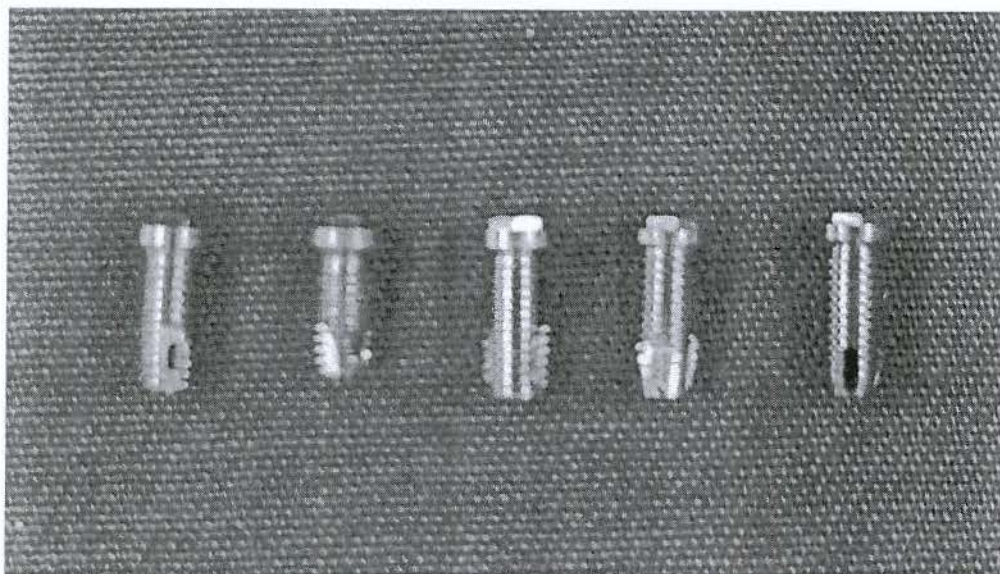


Fig. 1 – As cinco marcas comerciais de implantes utilizadas.
1. Implamed®, 2. Master Screw®, 3. Titanium Fix®, 4. INP®
e 5. S-Implant®.

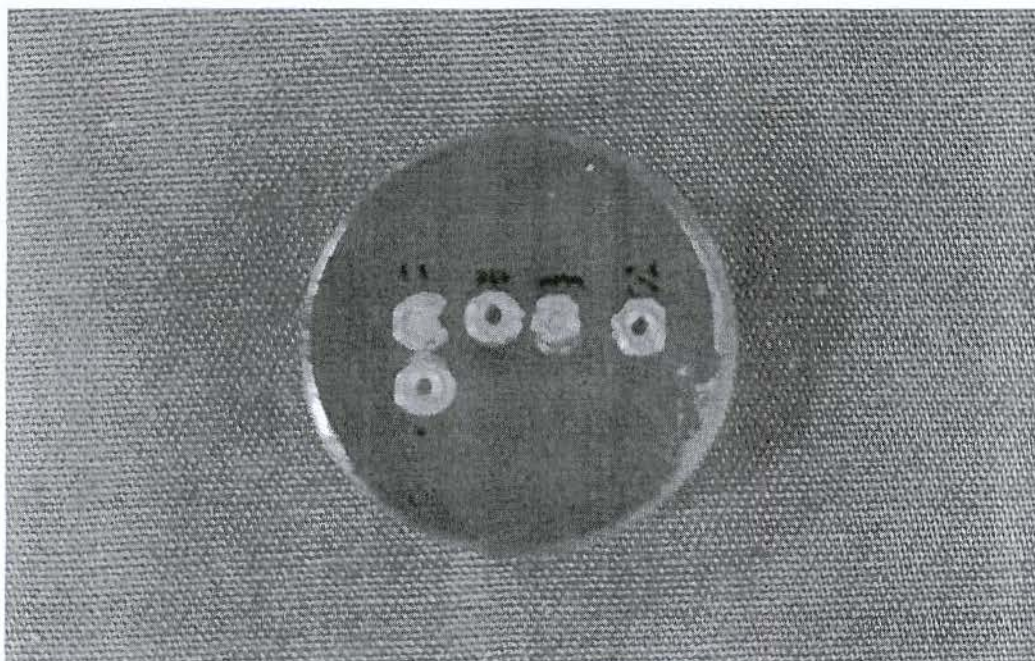


Fig. 2 – Amostras dos implantes em corte transversal, incluídas em resina cura frio para análise em MEV-EDS.

RESULTADOS

5. RESULTADOS

Os resultados estão descritos de acordo com cada análise realizada.

5.1. Análise para determinação do tamanho dos grãos

As figuras de 3 a 7 apresentam os esboços das microestruturas das amostras, obtidas no analisador de imagens com aumento de 200 vezes.

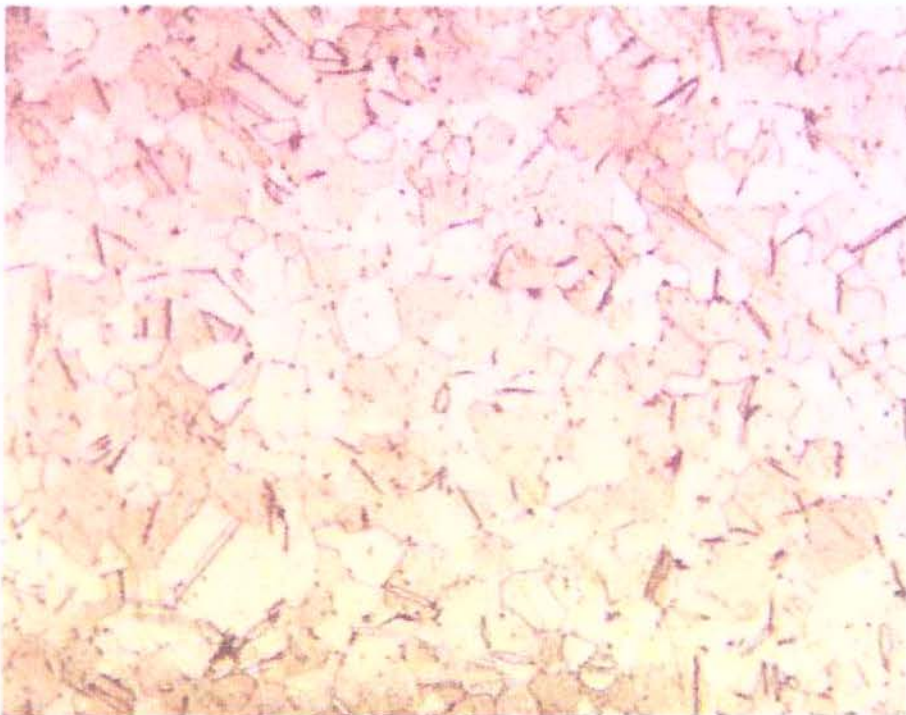


Fig. 3 – MET000006 – Esboço da microestrutura da amostra com ataque químico, apresentando grãos pequenos. Fase α - regiões claras e fase β - regiões escuras. 200 X.

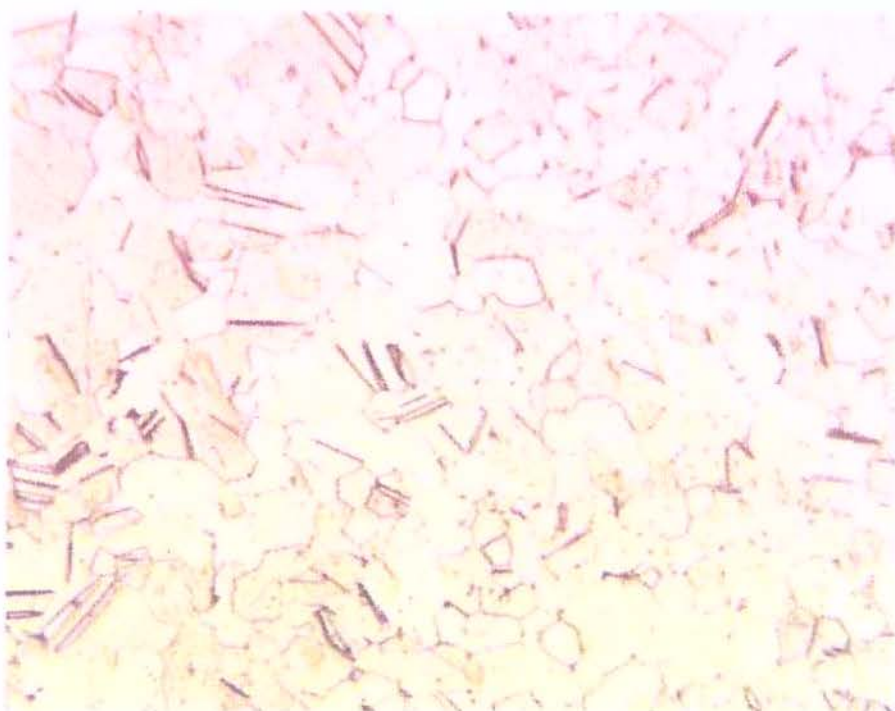


Fig. 4 – MET000007 – Esboço da microestrutura da amostra com ataque químico, apresentando grãos pequenos. Fase α - regiões claras e fase β - regiões escuras. 200 X.

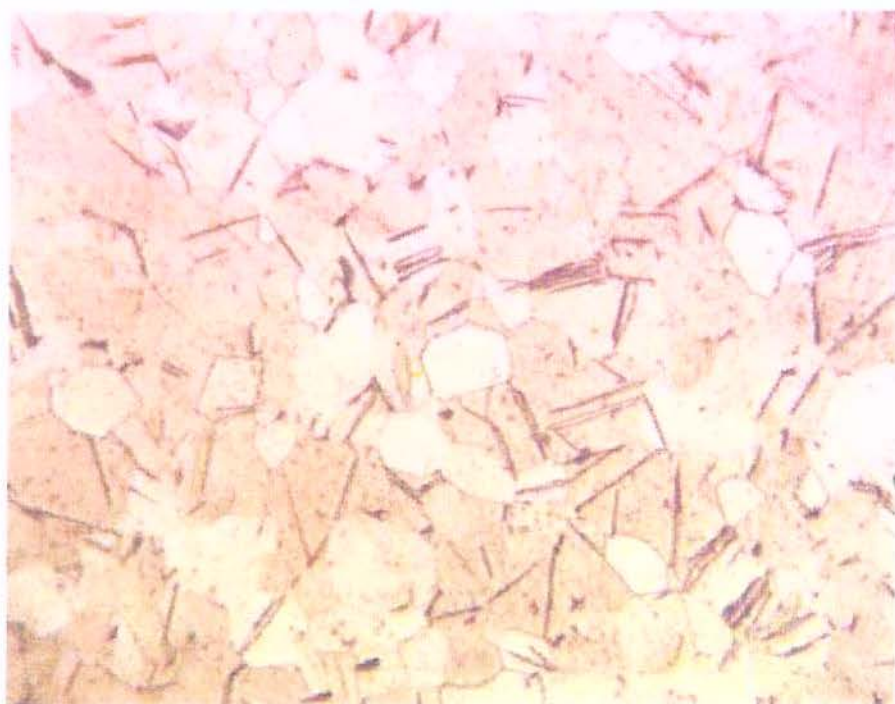


Fig. 5 – MET000008 – Esboço da microestrutura da amostra com ataque químico, apresentando grãos de tamanhos médios. Fase α - regiões claras e fase β - regiões escuras. 200 X.

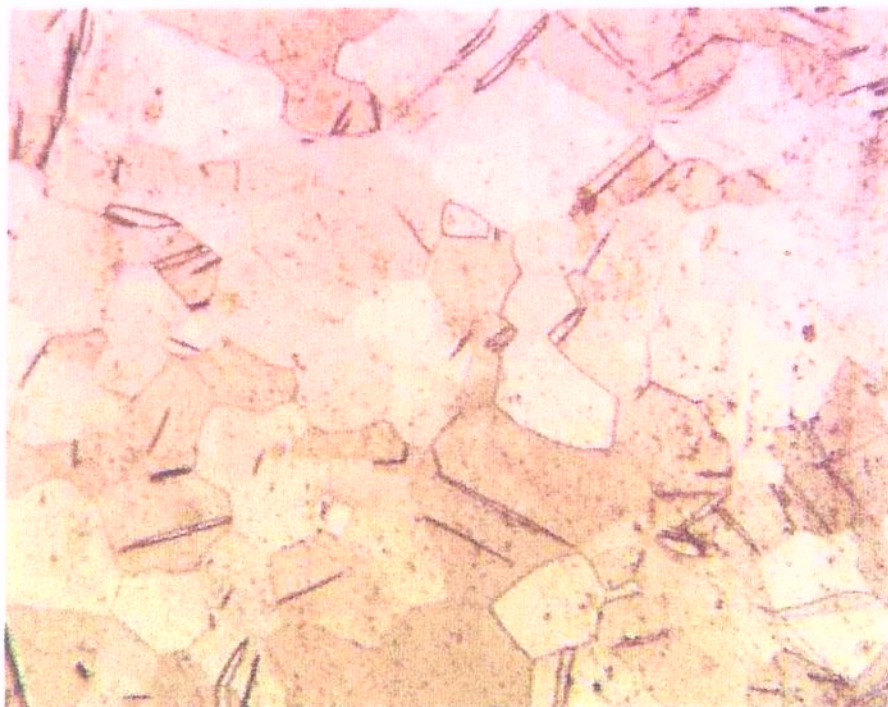


Fig. 6 – MET000009 – Esboço da microestrutura da amostra com ataque químico, apresentando grãos de tamanho grande. Fase α - regiões claras e fase β - regiões escuras. 200 X.

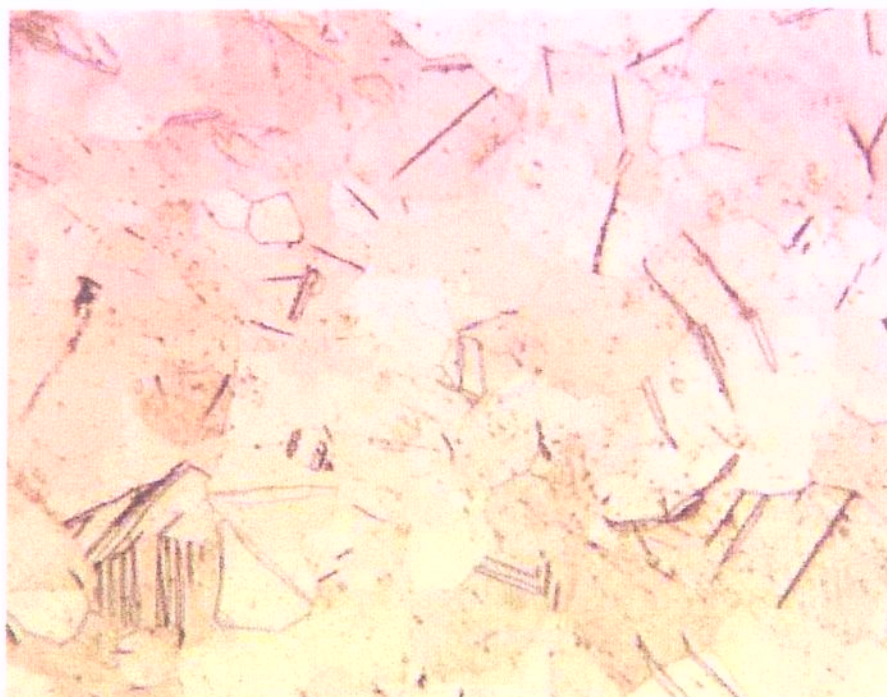


Fig. 7 – MET000010 – Esboço da microestrutura da amostra com ataque químico, apresentando grãos de tamanho grande. Fase α - regiões claras e fase β - regiões escuras. 200 X.

A partir de imagens obtidas através do analisador de imagem foi determinado o tamanho médio dos grãos de cada amostra (Tabela 3).

Tabela 3. Tamanho de grãos das amostras analisadas

Amostras	MET000006	MET000007	MET000008	MET000009	MET000010
Tamanho do grão (μm)	10,71	12,38	16,34	20,64	20,54

5.2. Análise Microestrutural da Superfície

Com o auxílio do Microscópio Eletrônico de Varredura e microanálise (MEV-EDS) foram obtidas micrografias na superfície das amostras, como mostram as figuras de 08 a 26 e anexos 1 ao 22. Foram realizadas análise da superfície dos implantes em uma visão panorâmica, junto ao passo da rosca (aqui denominada como “vale”) e topo da rosca.

Nesta análise, de um modo geral todas as amostras apresentaram picos elevados de titânio, o que era de se esperar, bem

como picos de carbono e oxigênio. Apenas as amostras MET000007 e MET000008 apresentaram picos de silício.

Quando analisamos os vales das roscas das amostras encontramos carbono e oxigênio presente em todas, além de silício. Ao analisarmos as inclusões que apareceram em determinadas amostras, verificamos a presença em MET0000006 de sódio, em MET0000008 de carbono, oxigênio, silício, em MET0000009 de carbono, oxigênio, silício e em MET0000010 de carbono, oxigênio, sódio e cloro.

Ao analisarmos os topos das roscas encontramos carbono e oxigênio presente em todos. Somente na amostra MET0000008 foi encontrado silício. Quando verificamos as inclusões, observamos na MET0000007 a presença de carbono, oxigênio, sódio, cálcio e um alto pico de enxofre. Na amostra MET0000009 as inclusões continham carbono, oxigênio e cálcio.

A presença de alumínio é fator inerente ao processo de preparo das amostras para este tipo de análise, não fazendo parte da composição metalográfica dos implantes.

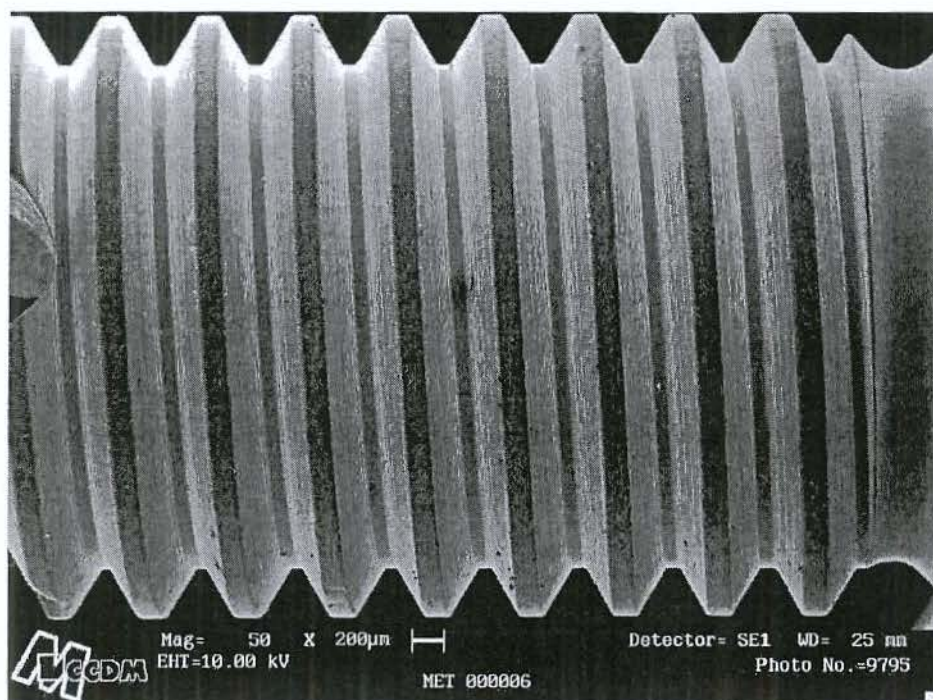


Fig. 8 – MET000006 – Micrografia geral da superfície da amostra. 200 X – MEV.

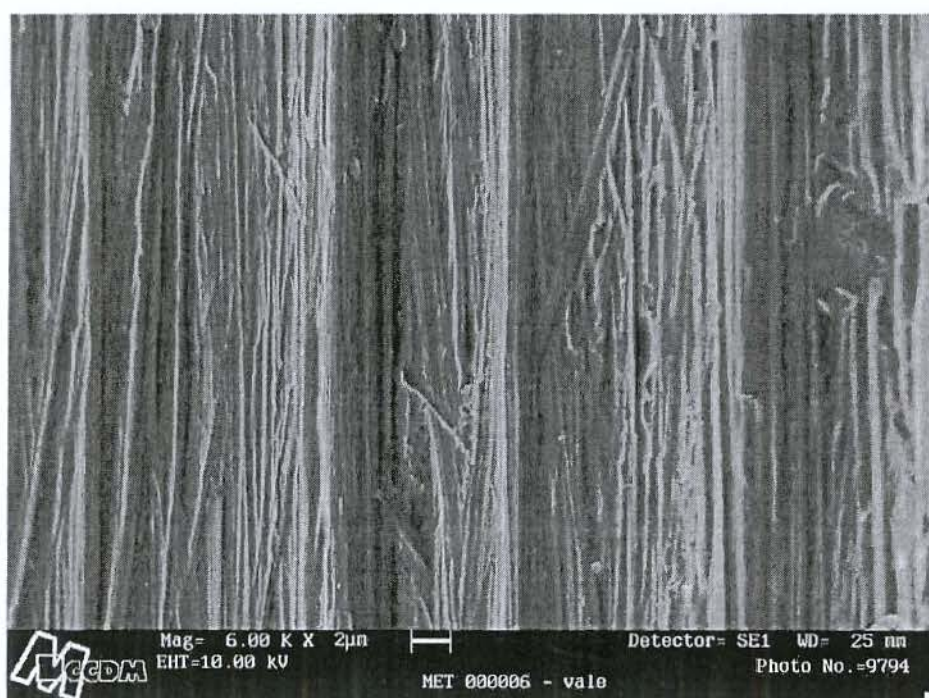


Fig. 9 – MET000006 – Micrografia da superfície (vale) da amostra, apresentando ranhuras próprias do processo de fabricação. 500 X – MEV.

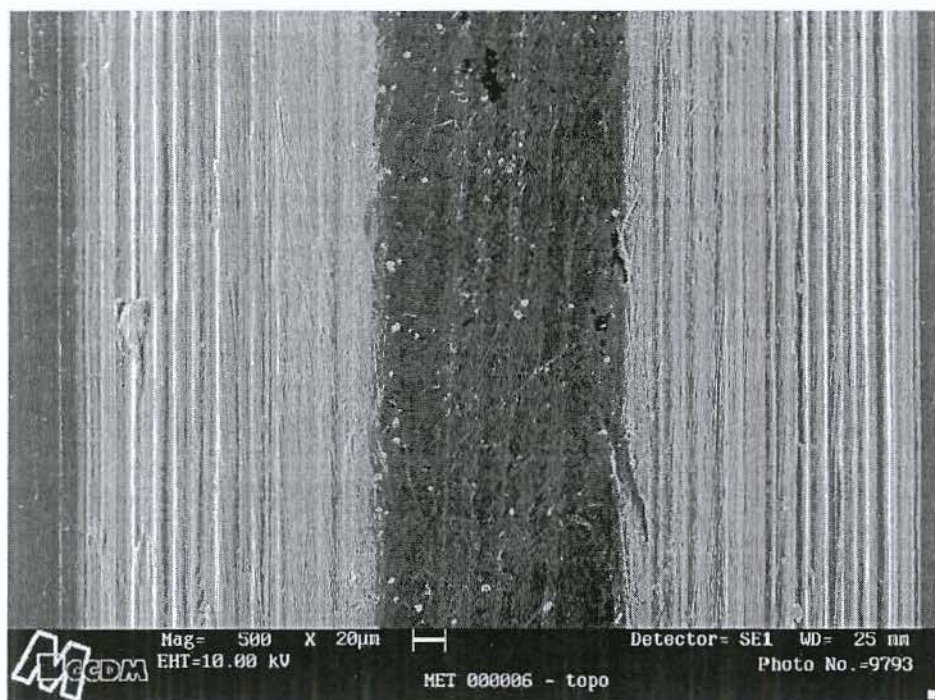


Fig. 10 – MET000006 – Micrografia da superfície (topo da rosca) da amostra, apresentando ranhuras próprias do processo de fabricação. 500 X – MEV.

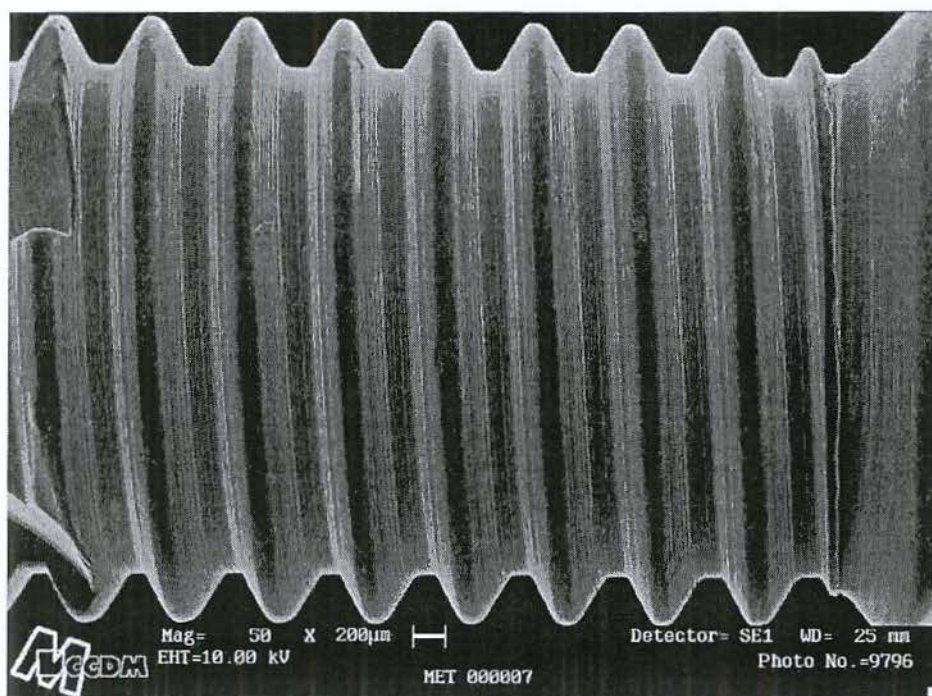


Fig. 11 – MET000007 – Micrografia geral da superfície da amostra. 200 X – MEV.

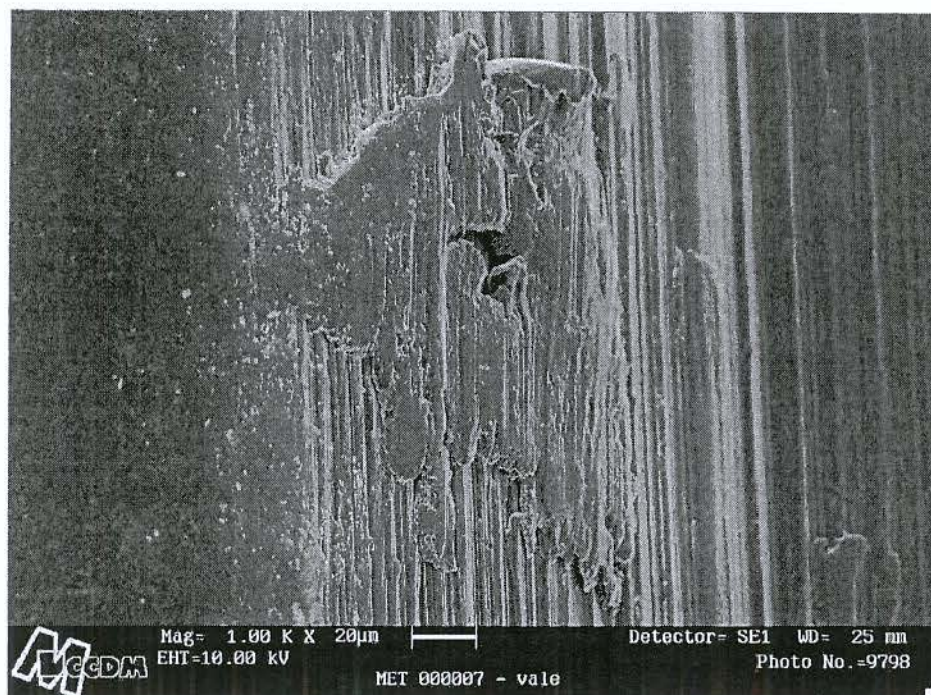


Fig. 12 – MET000007 – Micrografia da superfície (vale) da amostra, apresentando defeito no processo de fabricação. 500 X – MEV.

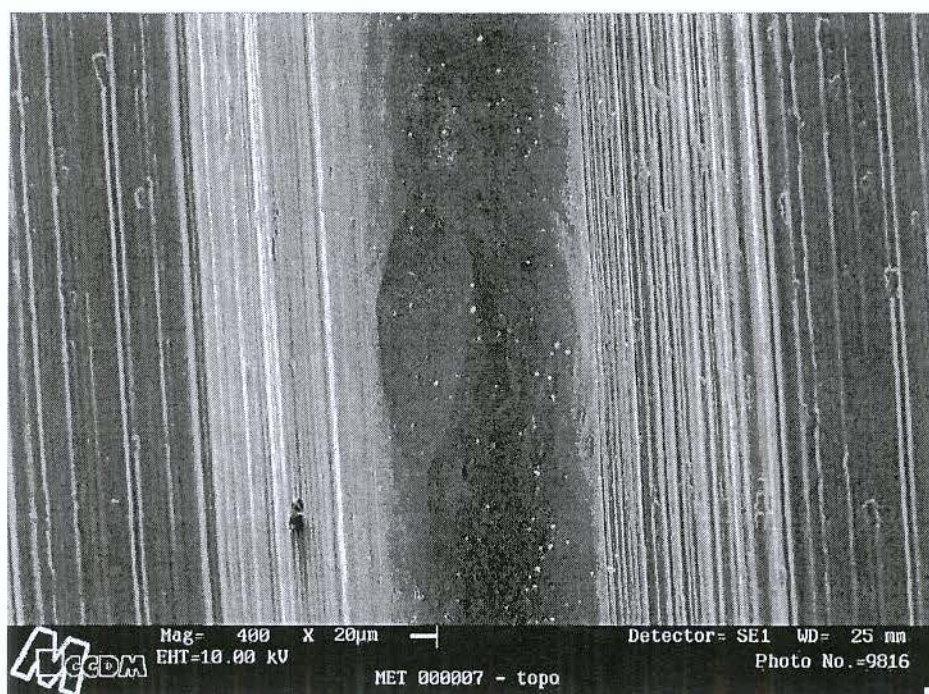


Fig. 13 – MET000007 – Micrografia da superfície (topo da rosca) da amostra, apresentando ranhuras normais do processo de fabricação. 500 X – MEV.

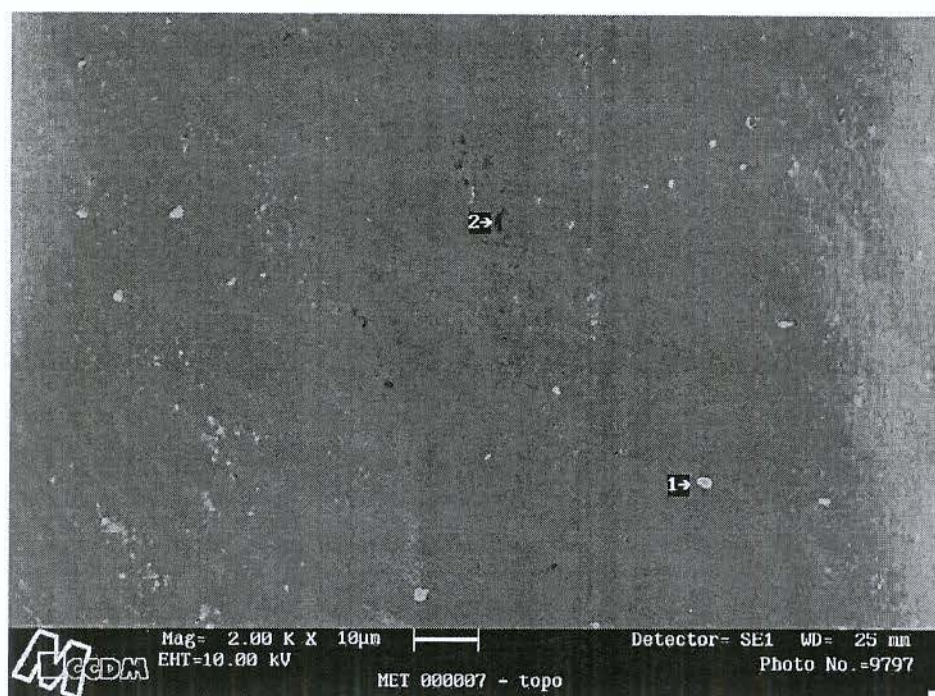


Fig. 14 – MET000007 – Micrografia da superfície (topo da rosca) da amostra, apresentando pontos de inclusões (1 e 2). 5.000 X – MEV-EDS.

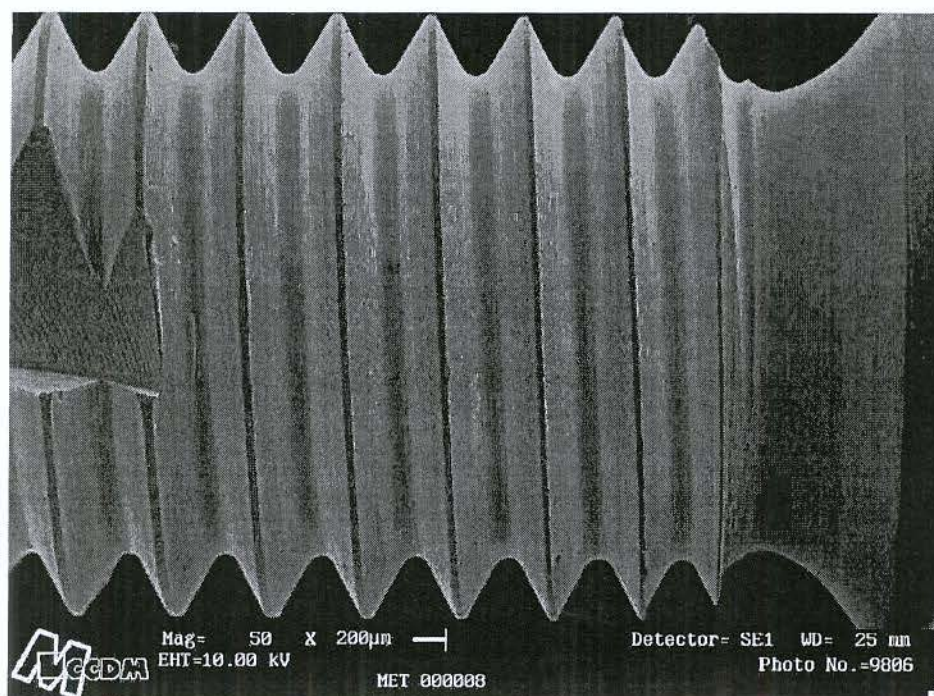


Fig. 15 – MET000008 – Micrografia geral da superfície da amostra. 200 X – MEV.

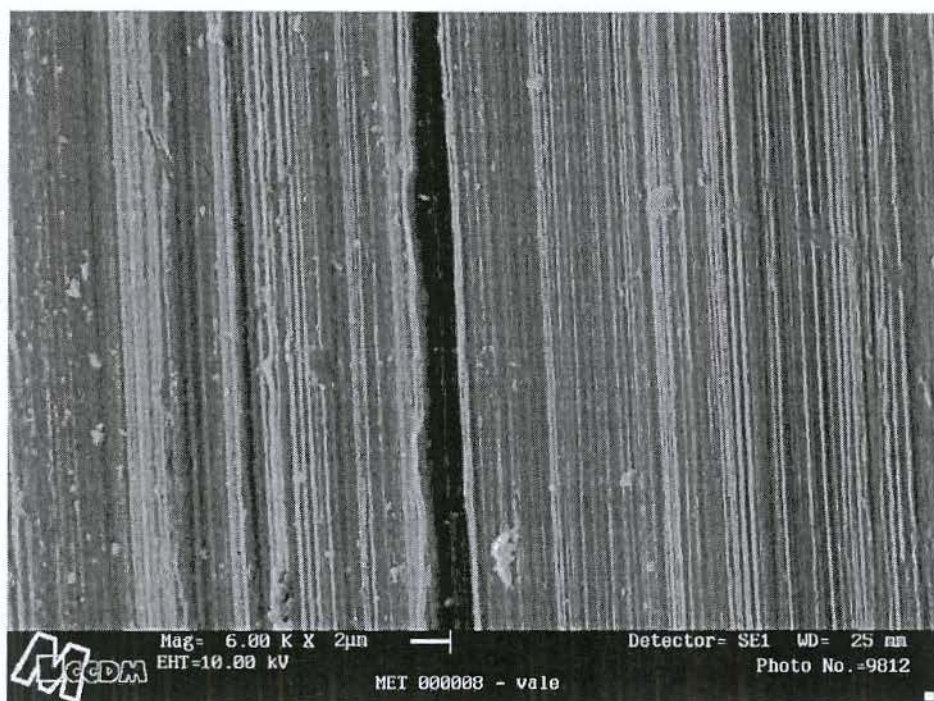


Fig. 16 – MET000008 – Micrografia da superfície (vale) da amostra, apresentando ranhuras próprias do processo de fabricação. 500 X – MEV.

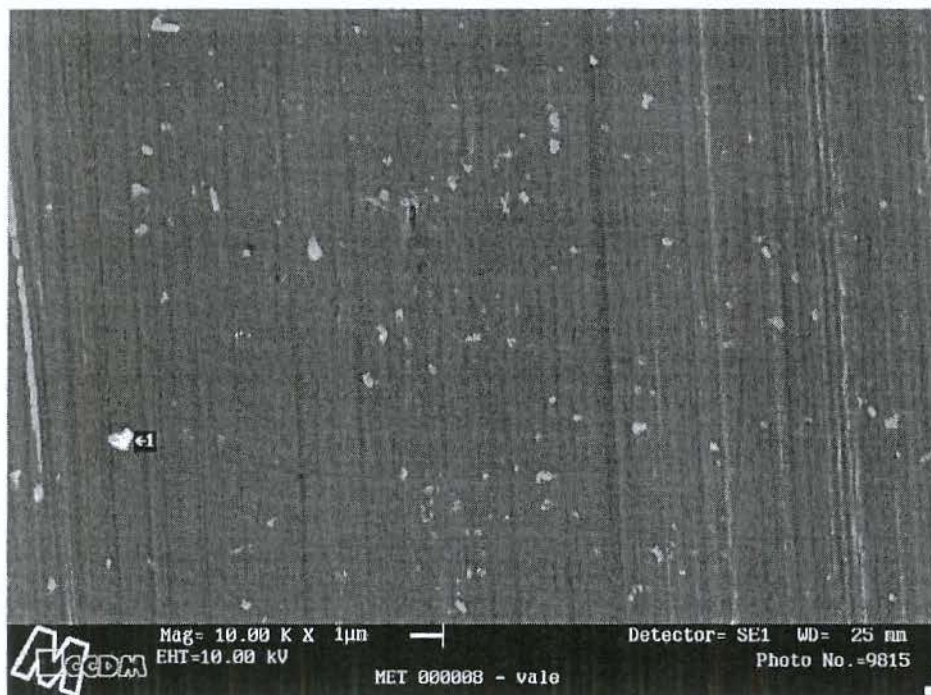


Fig. 17 – MET000008 – Micrografia da superfície (vale) da amostra, apresentando pontos de inclusões (1). 5.000 X – MEV-EDS.

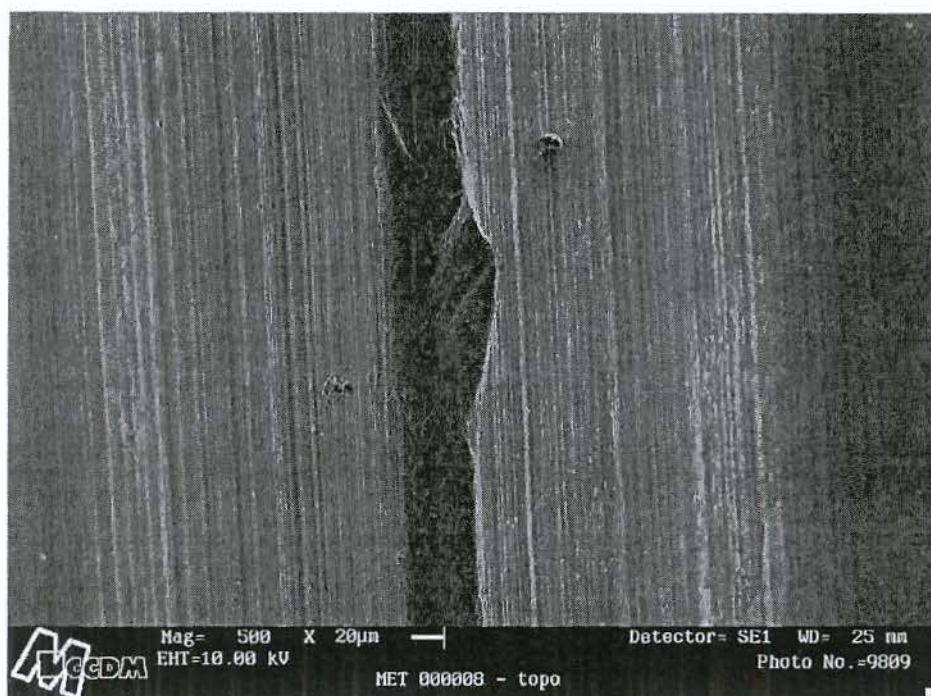


Fig. 18 – MET000008 – Micrografia da superfície (topo da rosca) da amostra, apresentando pequeno defeito no processo de fabricação. 500 X – MEV.

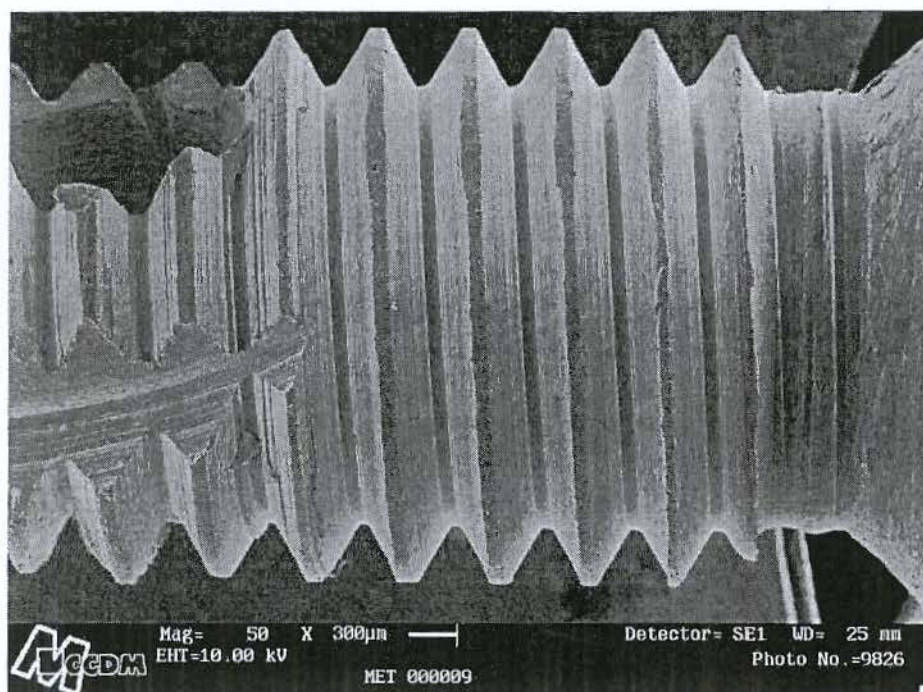


Fig. 19 – MET000009 – Micrografia geral da superfície da amostra. 200 X – MEV.

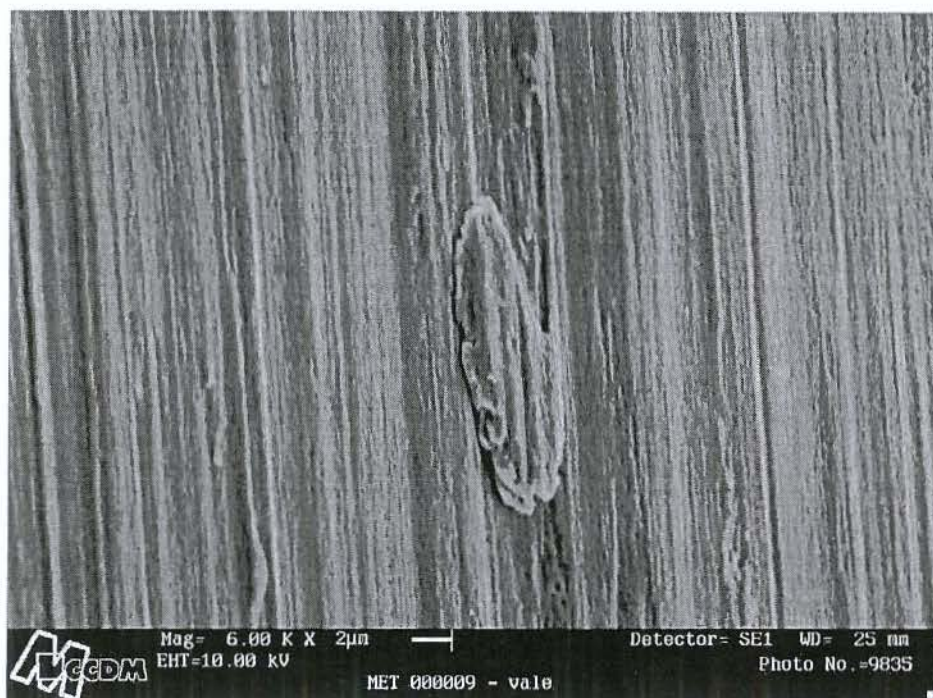


Fig. 20 – MET000009 – Micrografia da superfície (vare) da amostra, apresentando defeito no processo de fabricação. 500 X – MEV.



Fig. 21 – MET000009 – Micrografia da superfície (vare) da amostra, apresentando pontos de inclusões (1). 5.000 X – MEV-EDS.

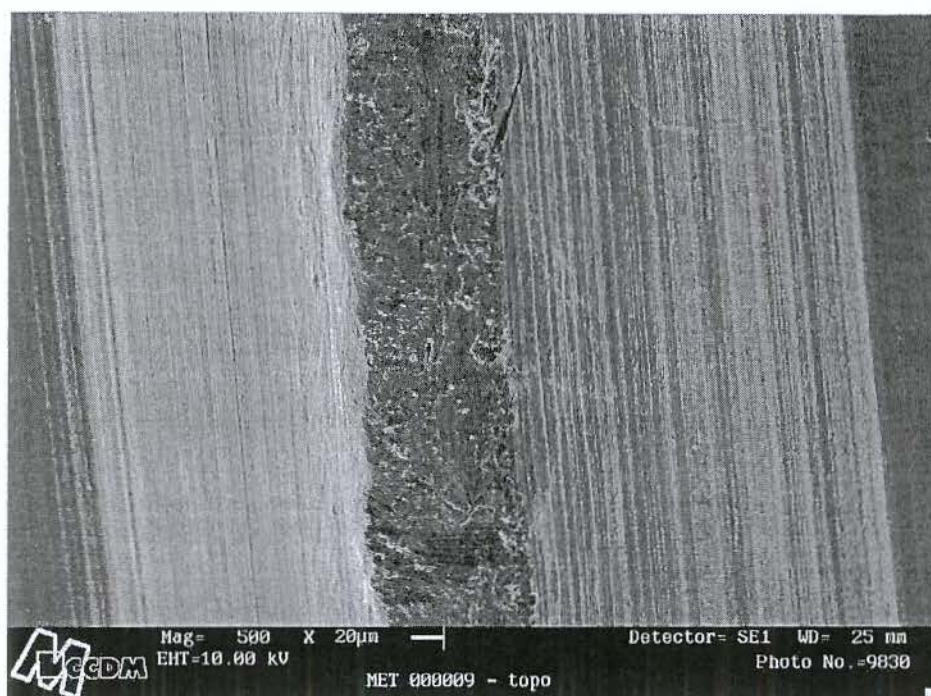


Fig. 22 – MET000009 – Micrografia da superfície (topo da rosca) da amostra, apresentando pequenos defeitos no processo de fabricação. 500 X – MEV.

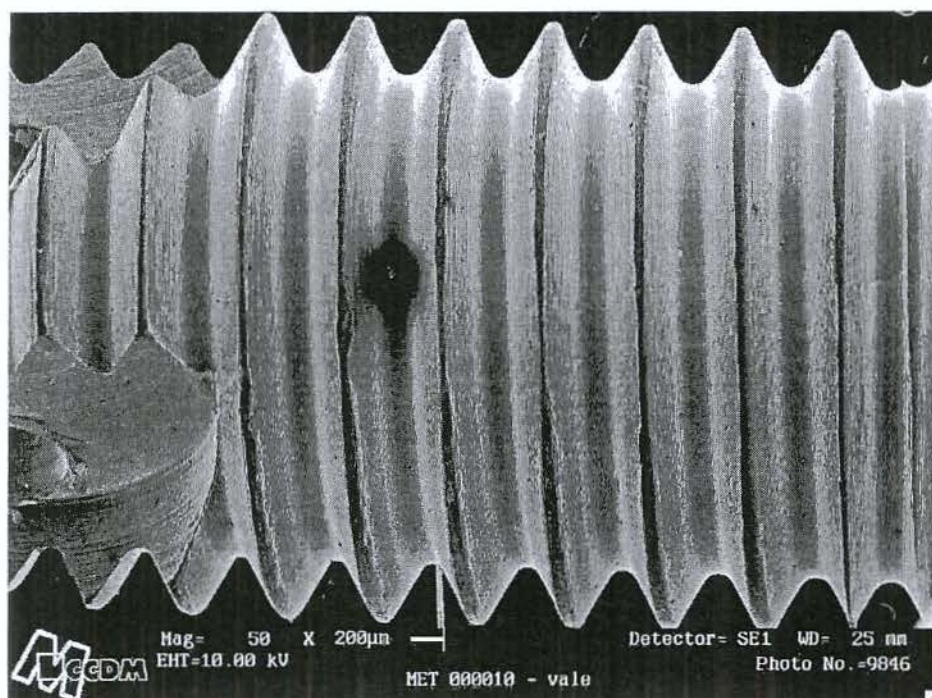


Fig. 23 – MET000010 – Micrografia geral da superfície da amostra. 200 X – MEV.

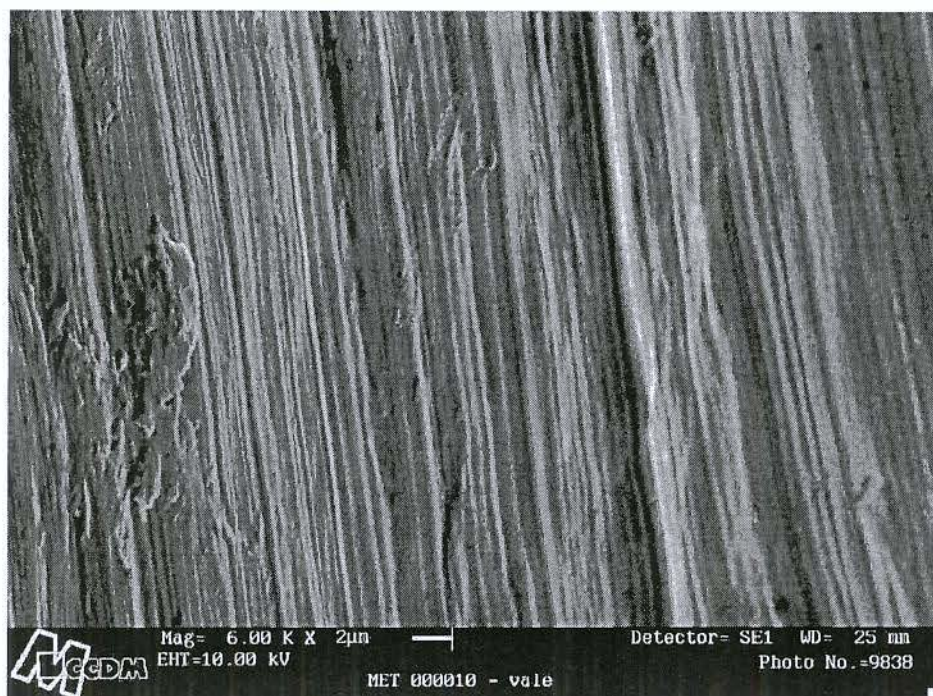


Fig. 24 – MET000010 – Micrografia da superfície (vale) da amostra, apresentando defeito no processo de fabricação. 500 X – MEV.



Fig. 25 – MET000010 – Micrografia da superfície (vale) da amostra, apresentando pontos de inclusões (1). 5.000 X – MEV-EDS.

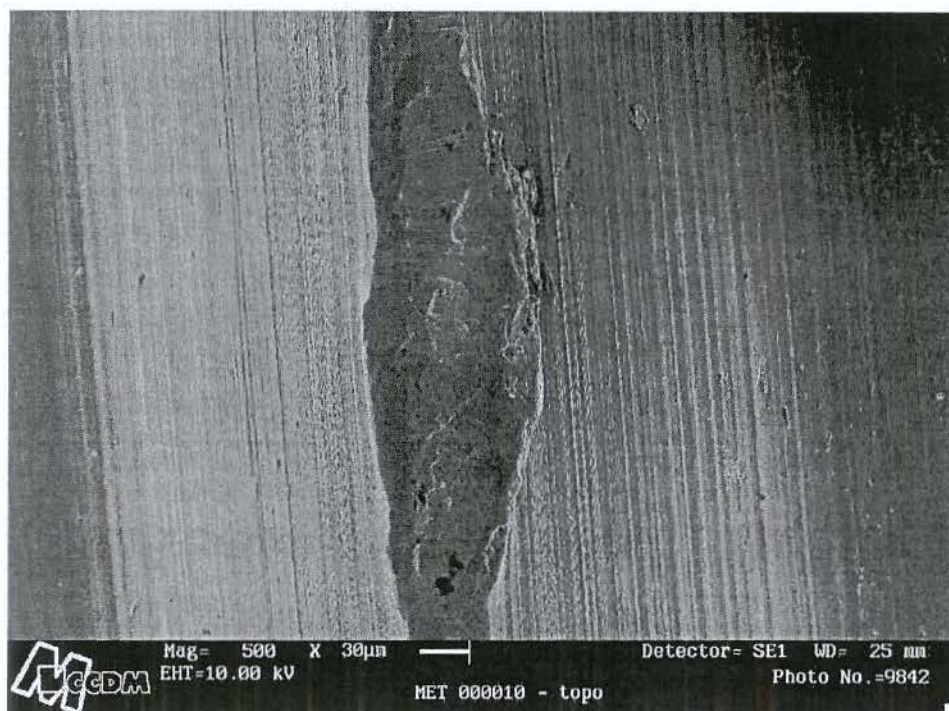


Fig. 26 – MET000010 – Micrografia da superfície (topo da rosca) da amostra, apresentando pequeno defeito no processo de fabricação. 500 X – MEV.

5.3. Análise Microestrutural em Corte Transversal

Foram obtidas micrografias dos cortes transversais das amostras com o auxílio do Microscópio Eletrônico de Varredura e microanálise (MEV-EDS).

Nesta análise verificamos que todas as amostras apresentavam picos elevados de titânio, o que era de se esperar, bem como picos de carbono em seu conteúdo. Notamos também que a amostra MET000006 apresentava inclusões que continham carbono, oxigênio,

ferro, sódio, magnésio, silício, potássio e cálcio. A amostra MET000007 apresentou inclusões contendo carbono e ferro. Na amostra MET000009 as inclusões continham somente carbono. (Figuras 27 a 35 e Anexos 23 a 31)

A presença de ouro é fator inerente ao processo de preparo das amostras para este tipo de análise, não fazendo parte da composição metalográfica dos implantes.

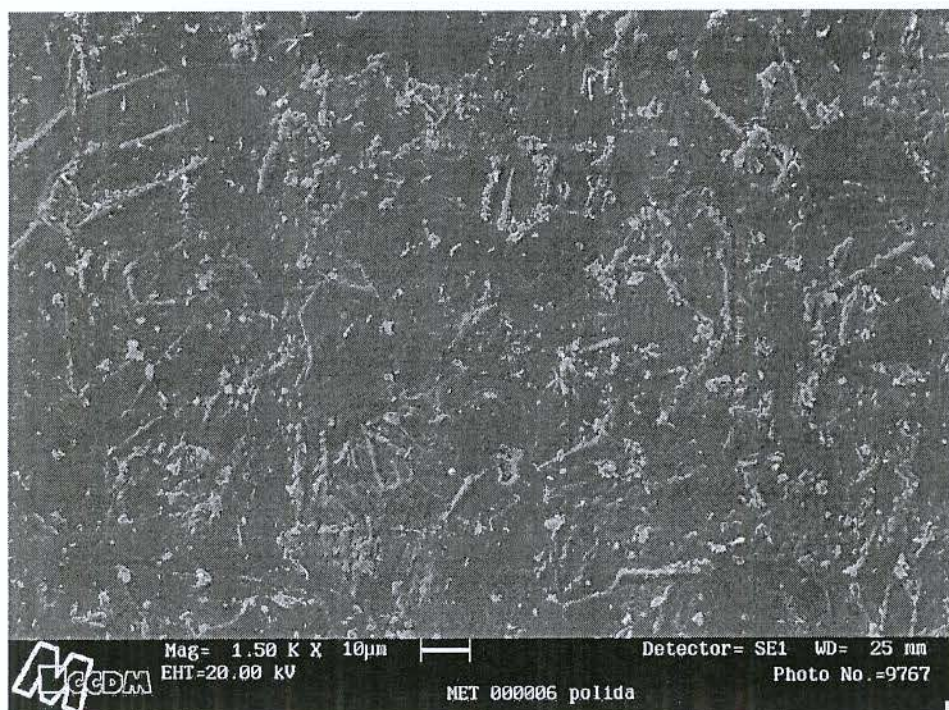


Fig. 27 - MET000006 – Micrografia em corte transversal – MEV-EDS.



Fig. 28 – MET000007 – Micrografia em corte transversal – MEV-EDS.

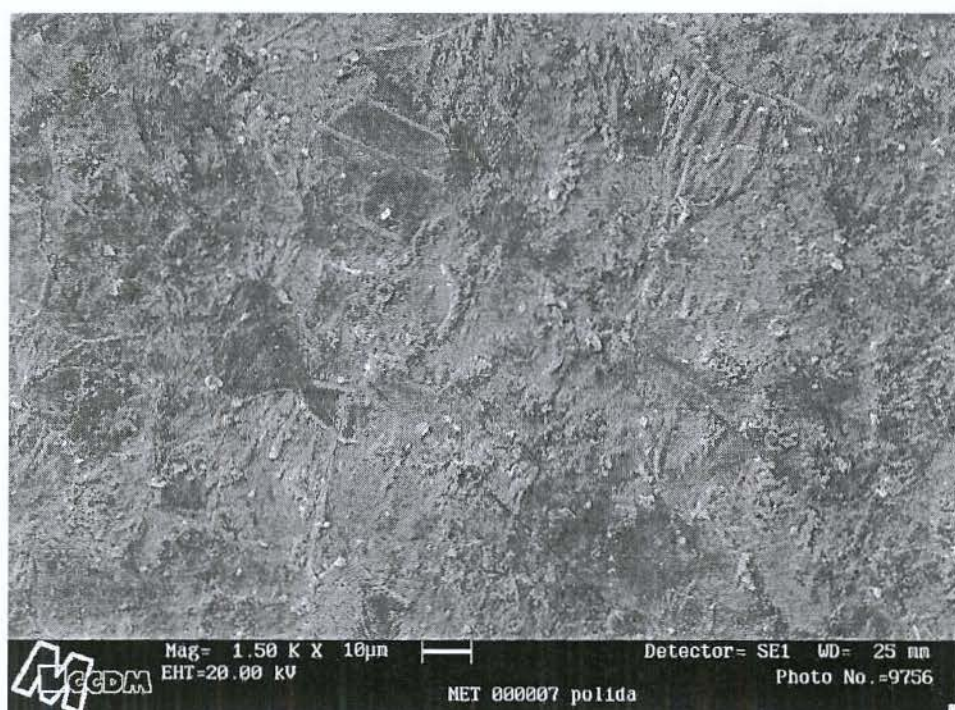


Fig. 29 – MET000008 – Micrografia em corte transversal – MEV-EDS.

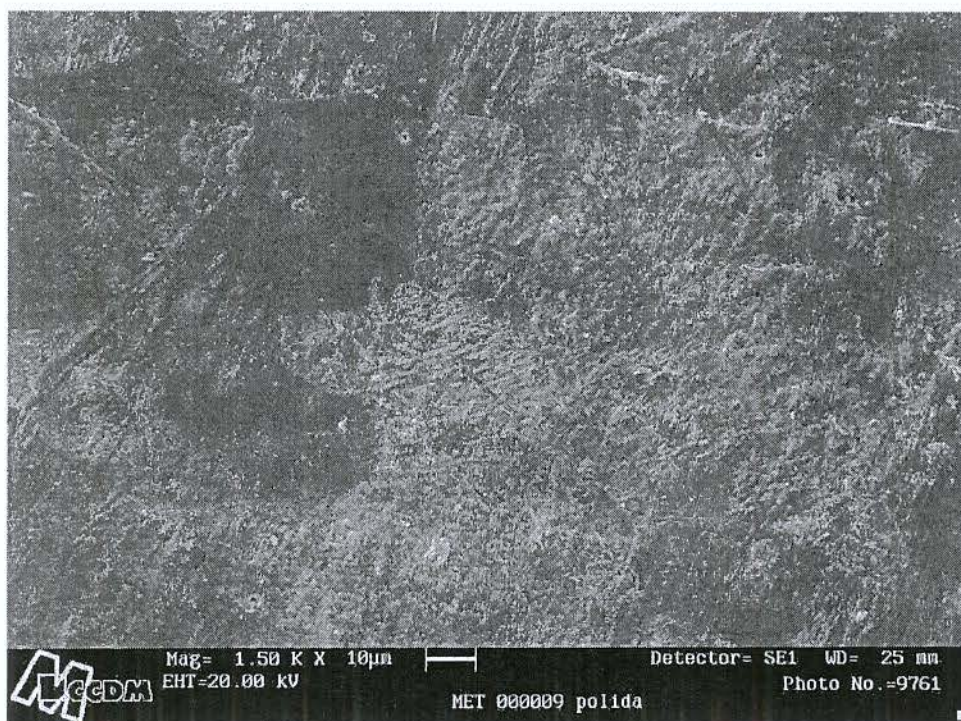


Fig. 30 – MET000009 – Micrografia em corte transversal – MEV-EDS.

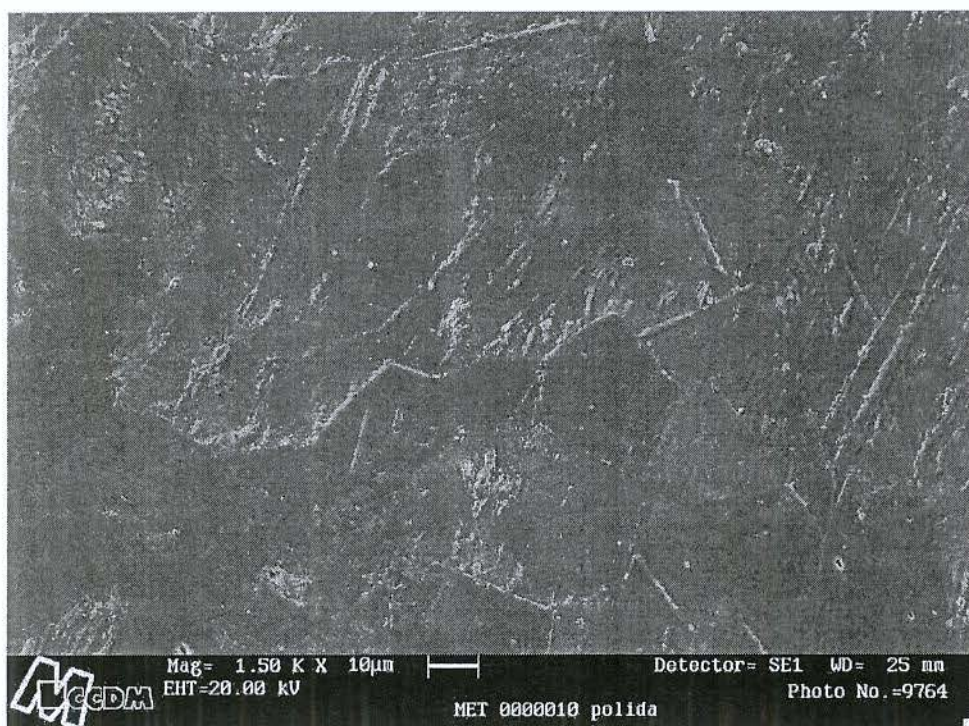


Fig. 31. MET000010 – Micrografia em corte transversal – MEV-EDS.

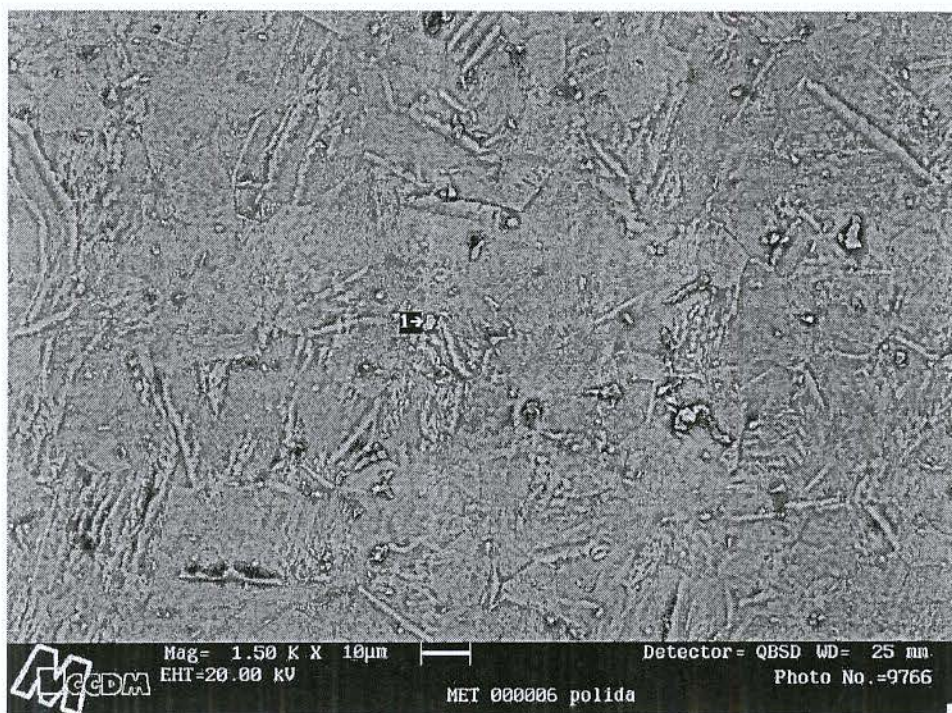


Fig. 32 – MET000006 – Micrografia em corte transversal apresentando pontos de inclusões (1) – MEV-EDS.



Fig. 33 – MET000006 – Micrografia em corte transversal apresentando pontos de inclusões (2) – MEV-EDS

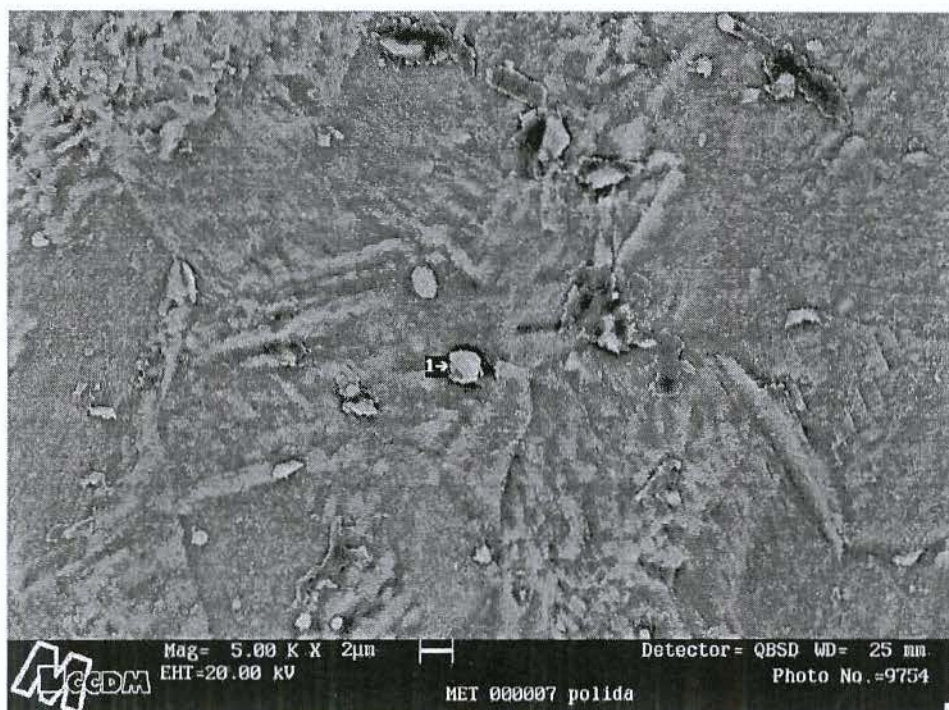


Fig. 34 – MET000007 – Micrografia em corte transversal apresentando pontos de inclusões (1) – MEV-EDS.



Fig. 35 – MET000009 – Micrografia em corte transversal apresentando pontos de inclusões (1) – MEV-EDS.

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

6. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Muitas investigações em implantes orais foram enfocadas na observação clínica da longevidade dos mesmos. A técnica da osseointegração, onde tentamos obter uma íntima relação entre o tecido ósseo e o implante sem interposição de tecido fibroso, tem proporcionado resultados com margem de sucesso ainda não alcançada em nenhuma outra área biológica, eliminando controvérsias a respeito do assunto (**Santos, 1997**).

Para se conhecer adequadamente a resposta biológica que um sistema de implantes desencadeará no organismo, além de estudos em modelos biológicos, faz-se necessário um conhecimento detalhado no que diz respeito aos aspectos físicos e químicos da superfície, para servir de base para a discussão do grau de biocompatibilidade desse sistema, da sua resistência à corrosão e às forças mastigatórias (**Mazzonetto, 1997**).

Sabe-se que ao longo dos anos, vários metais foram utilizados como materiais de implantes e que o titânio, por uma série de fatores

já citados na revisão da literatura, consagrou-se como sendo o material ideal para a confecção de implantes dentários endósseos.

O titânio é um elemento alotrópico que existe na natureza, em sua maior parte, na forma cristalográfica, sendo que é um material relativamente dúctil, com propriedades mecânicas nem sempre adequadas para a realização de trabalhos que exijam elevada resistência mecânica (**Boyer**, 1992).

A temperatura ambiente, o titânio metálico possui uma estrutura hexagonal compacta fechada, chamada de fase alfa (α), a qual passa por uma transformação cristalina, por volta de 883°C, tornando-se uma estrutura cúbica de corpo centrado, chamada Beta (β), que torna-se estável até o ponto de fusão do metal em torno de 1.660°C (**Boyer**, 1992).

Atualmente existem no mercado nacional, implantes confeccionados com titânio comercialmente puro (99,76% de titânio, 0,05% de ferro, 0,10% de oxigênio, 0,03% de nitrogênio, 0,01% de carbono e 0,06 de outros componentes), como por exemplo, quatro dos cinco sistemas utilizados neste trabalho (Master Screw®, Titanium

Fix®, INP® e S-Implant®). Quando estes implantes entram em contato com o ar, forma-se sobre suas superfícies uma camada de óxido que, segundo **Steinemann** (1994) é uma camada inerte.

Para **Hobo et al.** (1997) esta camada de óxido de titânio permite o íntimo contato de glicoproteínas e de uma camada calcificada de aproximadamente 100Å de espessura com a superfície do implante.

Somos de acordo com os numerosos estudos, tais como os de **Albrektsson et al.** (1981) e **Hobkirk & Watson** (1996) que demonstram a importância desta camada de óxido de titânio para a incorporação dos implantes e para o íntimo contato de sua superfícies com o osso hospedeiro.

A análise microestrutural metalográfica estuda a constituição, a estrutura e a textura dos metais, suas ligas e produtos metálicos e seu relacionamento com as propriedades mecânicas, físicas, químicas e processos de fabricação. (**Verhoeven**, 1992).

O titânio comercialmente puro, utilizado como material para a confecção de implantes dentários, deve ser analisado através da metalografia, para que possamos entender melhor os seus efeitos quanto a resistência e a corrosão. Pequenas inclusões de certos

elementos durante o processo de fabricação e/ou lavagem e esterilização, podem resultar em alterações significativas sobre as propriedades mecânicas e no comportamento da corrosão. Desta forma, podemos afirmar que mudanças na microestrutura, nos tamanhos dos grãos, defeitos no processo de fabricação e a presença de contaminantes são fatores importantes para se atingir ou não uma osseointegração adequada.

Através da análise com microscópio LEICA acoplado a um analisador de imagens em um aumento de 200 vezes, analisamos os tamanhos dos grãos de cada uma das cinco marcas comerciais dos implantes. Constatamos que os cinco implantes são constituídos de titânio comercialmente puro e que a estrutura metalográfica dos mesmos é constituída de matriz de fase α (regiões claras) e precipitado de fase β (regiões escuras).

Quanto ao tamanho dos grãos podemos observar que os implantes Implamed® e Master Screw® apresentaram os grãos de tamanho pequeno. No Titanium Fix® os grãos eram de tamanho

médio. Já os implantes INP® e S-Implant® apresentaram grãos de tamanho grande.

Mesmo com esta diferença nos tamanhos dos grãos (quanto menor o grão maior a resistência mecânica), todos os implantes são constituídos de fase α e β , o que caracteriza estes materiais analisados como possuidores de elevadas propriedades mecânicas e resistência à corrosão, o que os torna ideais para a utilização como implantes dentários endósseos osseointegráveis.

Vários autores (**Albrektsson et al.**, 1981; **Ratner et al.**, 1987; **Binon et al.**, 1992 e **Wennerberg et al.**, 1995) relatam a importância da superfície do implante para que ocorra uma resposta biológica que permita a osseointegração. O conceito de qualidade de superfície inclui os aspectos físicos, químicos, mecânicos e do tipo de topografia.

Bower et al. (1992), num estudo *in vitro*, utilizando cultura de células semelhantes a osteoblastos, observaram que havia uma maior tendência dessas células aderirem à superfície com microirregularidades do que àquelas com superfície lisa.

Para **Baier et al.** (1988), as microirregularidades da superfície devem obedecer certos parâmetros. Os autores afirmam que a

aspereza superficial ao nível de 1 μm ou menos não tem influência significativa na interação entre o implante e os tecidos hospedeiros.

Segundo **Albrektsson & Albrektsson** (1987) a superfície do implante é importante para a osseointegração por vários aspectos, como por exemplo, implantes com algumas irregularidades na superfícies têm se tornado melhor ancorado ao osso do que os implantes com superfície polida. Entretanto, **Wennerberg et al.** (1993) relata que embora a superfície rugosa exiba uma área maior de contato com o osso e, conseqüentemente melhor ancoragem, não se pode negligenciar as conseqüências negativas provocadas pelas irregularidades de superfície produzidas durante o processo de fabricação.

Em nosso estudo verificamos através do auxílio do microscópio eletrônico de varredura acoplado a microanálise (MEV-EDS) que de uma forma geral todas as amostras apresentaram picos elevados de titânio, o que era de se esperar, pois se tratava de implantes de titânio comercialmente puro. Quanto as irregularidades no processo de fabricação, observamos que os implantes Master Screw®, Titanium Fix®, INP®, S-Implant® (figuras, 12, 18, 22, 23, 24 e 26) apresentavam

pequenos defeitos produzidos durante o processo de fabricação. Entretanto, não acreditamos que estes defeitos tenham tamanho suficiente para produzirem consequências negativas quanto a osseointegração, pois os mesmos não foram significativos diante da amostra analisada.

Vários autores relataram a grande variabilidade de componentes orgânicos e inorgânicos encontrados na superfície dos implantes em função dos processos de manufatura, limpeza, tratamento de superfície, embalagem e esterilização (**Cox & Smith**, 1985; **Doundoulakis**, 1987; **Smith**, 1988; **Kasemo e Lausmaa**, 1988; **Klauber et al.**, 1990; **Binon et al.**, 1992; **Esposito et al.**, 1999 e **Kipaldi et al.**, 2000)

Através da mesma análise citada anteriormente, observamos a presença de contaminantes sobre a superfície dos implantes. De um modo geral, encontramos em todas as amostras picos de carbono e oxigênio. Quando analisamos as inclusões que apareceram nos vales das roscas em determinadas implantes, observamos a presença de sódio no Implamed®, carbono, oxigênio e silício nos Titantium Fix®, INP® e S-Implant®. Ao analisarmos os topos das roscas, encontramos

silício no implantes Titanium Fix®, carbono, oxigênio, sódio, cálcio e um alto pico de enxofre nos implante Implamed® e carbono, oxigênio e cálcio nos implantes INP®.

Fizemos também, uma análise dos implantes cortados transversalmente, onde observamos que todas as amostras apresentavam picos elevados de titânio, bem como picos de carbono em seu conteúdo. Além destes elementos as amostras do Implamed® apresentaram inclusões de carbono, oxigênio, ferro, sódio, magnésio, silício, potássio e cálcio. As amostras do Master Screw® continha inclusões de carbono e ferro. Nas amostras do INP® as inclusões eram de carbono.

As inclusões de carbono, por ser hidrofóbico, podem diminuir a energia livre de superfície do material, impedindo a adesão de biomoléculas, células epiteliais, fibroblastos, osteoblastos e células da medula (**Jansen et al.**, 1989 e **Keller et al.** 1990)

As outras inclusões, representadas pelas mais diferentes elementos químicos encontrados, podem funcionar como células eletrolíticas, provocando trocas iônicas e corrosão no titânio,

interferindo no processo de união química da camada de biomoléculas (Baier & Meier, 1988; Vargas et al., 1992 e Olefjord & Hansson, 1993).

A influência dessas inclusões no comportamento clínico dos implantes, até mesmo pelo alto custo para quantificá-las, ainda não está bem definida. No entanto, vários procedimentos de tratamento, como plasma por radiofrequência, solventes orgânicos, banhos ácidos, eletropolimento, radiação ultravioleta, plasma de argônio, tem sido recomendados para que se obtenha uma superfície quimicamente mais homogênea e limpa (ASTM, 1991).

Apesar das recomendações feitas pela ASTM (1991) as amostras de implantes analisadas em nossa pesquisa são compatíveis com os implantes analisados mundialmente, como podemos observar em nossa revisão da literatura. Acreditamos que embora todos os implantes (os aqui pesquisados e os citados pela literatura), apresentem pequenas variações quanto a relação osso/implante, mas que, não sejam variações significantes a ponto de interferir na osseointegração destes implantes. Embora para se confirmar

cientificamente esta afirmação , muitos outros trabalhos de pesquisa deverão ser realizados.

CONCLUSÕES

7. CONCLUSÕES

Dentro das condições experimentais desta pesquisa podemos concluir que:

1. As cinco amostras estudadas são constituídas por titânio comercialmente puro, classe $\alpha + \beta$, conforme pode ser observado através das análises para determinação do tamanho dos grãos, microestrutural da superfície e microestrutural em corte transversal.
2. Embora algumas amostras tenham apresentado pequenos defeitos produzidos durante o processo de fabricação, podemos afirmar que todas elas possuem um bom acabamento.
3. Mesmo que todas as amostras tenham apresentado algum tipo de inclusão na superfícies e no interior do metal, elas se encontram semelhantes a outros implantes pesquisados e citados na literatura mundial.

4. As variações apresentadas não seriam significantes o suficiente para interferirem na osseointegração dos implantes analisados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

01. ADELL, R.; LEKHOLM, U.; BRANEMARK, P.I. – Surgical procedures. In: BRANEMARK, P.I.; ZARB, G.; ALBREKTSSON, T. – *Tissue Integrated Protheses: Osseointegration in clinical dentistry*. Chicago, Quintessence Publishing, 1985. p 211-231.
02. ADELL, R.; LEKHOLM, U.; ROCKLER, R.; BRANEMARK, P.I. – A 15 year study of osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. *Int. J. Oral Maxillofac. Surg.*, 10:387-416, 1981.
03. ADELL, R.; LEKHOLM, U.; ROCKLER, B.; BRANEMARK, P.I.; LINDHE, J.; ERIKSSON, B.; SBORDONE, L. – Marginal tissue reactions at osseointegrated titanium fixtures (I). A 3-year longitudinal prospective study. *Int. J. Oral Maxillofac. Surg.*, 15: 39-41, 1986.
04. ALBREKTSSON, T. – Direct bone anchorage of dental implants. *J. Prost. Dent.*, 50: 255, 1983.

05. ALBREKTSSON, T. – a multicenter report on osseointegrated oral implants. *J. Prost. Dent.*, 60: 75-84, 1988.
06. ALBREKTSSON, T.; ALBREKTSSON, B. – Osseointegration of bone implants. *Acta Orthop. Scand.*, 58: 567-577, 1987.
07. ALBREKTSSON, T. et al. – Osseointegrated titanium implants. Requirements for ensuring a long-lasting, direct bone-to-implant anchorage in man. *Acta Orthop. Scand.*, 52: 155-170, 1981.
08. ALBREKTSSON, T.; LEKHOLM, U. – Osseointegration current state of the art. *Cent. Clin. North Am.*, 33: 537-554, 1989.
09. ALBREKTSSON, T. et al. – The interface zone of inorganic implants in vivo; titanium implants in bone. *Ann. Biomed. Eng.*, 11: 1-27, 1983.
10. AMEEN, A.P.; SHORT, R.D.; JOHNS, R.; SCHWACH, G. – The surface analysis of implant materials. 1. The surface composition of a titanium dental implant material. *Clin. Oral Implants Res.*, 4(3): 144-150, 1993.

11. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard practice for surface preparation and marking of metallic surgical implants*. Usa F86-91.
12. ANDERSSON, M. *et al.* – Clinical results with titanium crowns fabricated with machine duplication and spark erosion. *Acta Odontol. Scand.*, 47: 279-286, 1989
13. APARICIO, C.; OLIVÉ, J. – Comparative surface microanalysis of failed Branemark implants. *Int. J. Oral Maxillofac Implants.*, 7(1): 94-102, 1997.
14. BAIER, R.E. *et al.* – Degradative effects of conventional steam sterilization on biomaterial surfaces. *Biomaterials*, 3: 241-245, 1982.
15. BAIER, R.E. *et al.* – Surface properties determine bioadhesive outcomes methods and results. *J. Biomed. Mater. Res.*, 18: 327-355, 1984.
16. BAIER, R.; MEYER, A.E. – Implant surface preparation. *Int. J. Oral Maxillofac. Implants*, 3: 9-20, 1988.

17. BARO, A.M. et al. – Characterization of surface roughness in titanium dental implants measured with scanning tunnelling microscopy at atmospheric pressure. *Biomaterials*, 7(6): 463-466, 1986.
18. BERGMAN, B. et al. – A 2-year follow-up study of titanium crowns. *Acta Odontol. Scand.*, 48: 113 -117, 1990.
19. BINON, P.P.; WEIR, D.J.; MARSHALL, S.J. – Surface analysis of na original branemark implant and three related clones. *Int. J. Oral Maxillofac Implants.*, 7(2): 168-175, 1997.
20. BOWER, K.T. et al. – Opmitization of surface micromorphology for enhanced osteoblast responses *in vitro*. *Int. J. Oral Maxillofac. Implants*, 7: 302-310, 1992.
21. BOYER, R.R. – Titanium and titanium alloys. In: *ASM Handbook: Metallography and microstructures*, ASM International Ed. – The Materials Information Society, 9. 1992. p. 454-465.
22. BOYNE, P.J.; HERFORD, A.S. – Effect of configuration of surgical burs on osseointegration of dental implants: a pilot study. *Implant Dentist.*, 3: 47-50, 1994.

23. BRANEMARK, P.I. – Osseointegration and its experimental background. *J Prosthet Dent.*, 50: 399-410, 1983.
24. BRANEMARK, P.I. – Introduction on osseointegration. In: BRANEMARK, P.I.; ZARB, G.; ALBREKTSSON, T. – *Tissue-integrated prostheses: osseointegration in clinical dentistry*. Chicago, Quintessence Publishing, 1985. p. 11-76.
25. BRANEMARK, P.I.; ADELL, R.; BREINE, U.; HANSSON, B.O.; LINDSTROM, J.; OHLSSON, A. – Intraosseous anchorage of dental prostheses. I – Experimental studies. *Scand. J. Plast. Reconstr. Surg.*, 3: 81-100, 1969.
26. BRANEMARK, P.I.; HANSSON, B.O.; ADELL, R.; BREINE, U.; LINDSTROM, J.; HALLEN, O.; Ohman, A. – Osseointegrated dental implants in the treatment of edentulous jaw. Experience from a 10 year period. *Scand. J. Plast. Reconstr. Surg.*, Suppl. 16: 1-132, 1977.

27. BRANEMARK, P.I.; ADELL, R.; ALBREKTSSON, T.; LEKHOLM, U.; LINDSTROM, J.; ROCKLER, B. – Na experimental and clinical study of osseointegrated implants penetrating the nasal cavity and maxillary sinus. *J. Oral Maxillofac. Surg.*, 42: 497-505, 1984.
28. BRUSNKI, J.B. – Biomaterials and biomechanics in dental implant design. *J. Oral Maxillofac. Implants*, 3: 85-97, 1988.
29. BRUNSKI, J.B.; SKALAK, R. – Biomechanical considerations. In: WORTHINGTON, P.; BRANEMARK, P.I. – *Advanced osseointegration surgery; applications in the maxilo-facial region*. Chicago, Quintessence Publishing, 1992. P: 15-39.
30. CARLSSON et al., Osseointegration of titanium implants. *Acta Orthop Scand.*, 57: 285-289, 1986. In: HOBO, S.; ICHIDA, E.; GARCIA, L.T. – *Osseointegração e reabilitação oclusal*. 1ª ed., São Paulo, Santos Livraria Editora/Quintessence Editora Ltda., 1997.

31. CHEHROUDI, B.; GOULD, T.R.; BRUNETTE, D.M. – The role of connective tissue in inhibiting epithelial downgrowth on titanium-coated percutaneous implants. *J. Biomed. Mater. Res.*, 26: 493-515, 1992.
32. COCHRAN, D.L. – A comparison of endosseous dental implant surfaces. *J. Periodontol.*, 70(12): 1523-1529, 1999.
33. COOK, S.D.; DALTON, J.E. – Biocompatibility and biofunctionality of implanted materials. *Alpha Omegan*, 85: 41-47, 1992.
34. COOK, S.D.; KAY, J.F.; THOMAS, K.A. – Hydroxylapatite coated porous titanium for use as an orthopaedic biological attachment system. *Clin. Orthop.*, 235: 220, 1988a.
35. COOK, S.D.; KAY, J.F.; THOMAS, K.A.; JARCHO, M. – Hydroxyapatite-coated titanium for orthopedic implants applications. *Clin. Orthop. Related Res.*, 232: 225, 1988b.
36. COX, J.F.; SMITH, D.C. – Surface analysis and characterization of osseointegrated titanium implants. *J. Dent. Res.*, 64: 299, 1985.
37. DONACHIE, M.H. – *Titanium: A technical guide*. Metal Park, OH, ASM International, 1984, p.43-51

38. DOUNDOULAKIS, J.H. – Surfaces analysis of titanium after sterilization: role in implant tissue interface and vioadhesion. *J. Prosthet. Det.*, 58: 471-478, 1987.
39. DUCHEYNE, P. – Titanium and calcium phosphate ceramic dental implants, surfaces, coating and interfaces. *J. Oral Implantol.*, 14: 325-340, 1988.
40. DUCHEYNE, P.; HEALY, K.E. – surface spectroscopy of calcium phosphate ceramic and titanium implants materials. In: RATNER, B. – *Surface characterization of biomaterials*. Amsterdam, Elsevier, 1988. P: 175-192.
41. EDWARDS, B.N.; GOLD, B.R. – Analysis of surface cleanliness of three commercial dental implants. *Biomaterial*, 13(11): 775-780, 1992.
42. ENGLISH, C. – An overview of implant hardware. *J. Am. Dent. Assoc.*, 121: 360-368, 1990.
43. ESPOSITO, M.; et al. – Surface analysis of failed oral titanium implants. *J. Biomed. Mater Res.*, 48(4): 559-558, 1999.
44. HELLSING, M. – Comparative surface analysis of four dental implants systems. *J. Dent. Assoc. S. Afr.*, 52(6): 399-402, 1997

45. HENRY, P.J. – Comparative surface analysis of two osseointegrated implant systems. *Int. J. Oral Maxillofac Implants.*, 2(1): 23-27, 1987.
46. HOBKIRK, J.A.; WATSON, R.M. – *Atlas colorido e texto de implantologia dental e maxilofacial*. São Paulo, Artes Médicas, 1996. P: 9-19.
47. HOBO, S.; ICHIDA, E.; GARCIA, L.T. – *Osseointegração e reabilitação oclusal*. 1ª ed., São Paulo, Santos Livraria Editora/Quintessence Editora Ltda., 1997.
48. HULTH, A. – Fracture healing: a concept of competing healing factors. *Acta Orthop. Scand.*, 51: 5-8, 1980.
49. IDA, K. *et al.* – Mechanical properties of pure titanium and titanium alloys – Evaluation for dental casting metals. *J. Jpn Dent. Mater*, 2: 765-771, 1983. *Apud*: WATANABE, I. *et al.* – Effect of pressure difference on the quality of titanium casting. *Dent. Res.*, 76(3): 773-779, 1997.
50. IDA, K. *et al.* – Clinical application of pure titanium crowns. *Dent. Mater J*, 4: 191-195, 1985

51. JANSEN, J.A. et al. – Effect of surface treatments on attachment and growth of epithelial cells. *Biomaterials*, 10(11): 604-608, 1989.
52. JARCHO, M. – Biomaterials aspects of calcium phosphates: properties and applications. *Dent. Clin. North Am.*, 30: 25, 1986.
53. KASEMO, B. – Biocompatibility of titanium implants: surface science aspects. *J. Prosthet. Dent.*, 49: 832-37, 1983.
54. KASEMO, B.; LAUSMAA, J. – Surface science aspects on inorganic materials. *Crit. Rev. Biocompatibil.*, 2: 335-380, 1986.
55. KASEMO, B.; LAUSMAA, J. – Biomaterial and implant surfaces: on the role of cleanliness, contamination, and preparation procedures. *J. Biomed. Mater Res.*, 22: 145-58, 1988a.
56. KASEMO, B.; LAUSMAA, J. – Biomaterial and implant surfaces: a surface science approach. *Int. J. Oral Maxillofac. Implants.*, 3: 247-259, 1988b.
57. KELLER, J.C. et al. – Characterization of sterilized commercially pure titanium implant surfaces. *Int. J. Oral Maxillofac. Implants*, 5(4): 360-367, 1990.

58. KIPALDI, D.V. et al. – Cleaning and heat-treatment effects on unalloyed titanium implant surfaces. *Int. J. Oral Maxillofac. Implants*, 15(2): 219-230, 2000.
59. 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*, 5(3): 264-271, 1990.
60. KOHN, D.H. – Overview of factors important in implant design. *J. Oral Implantol.*, 18: 204-219, 1992.
61. KONONEM, M.; HORMIA, M.; KIVILAHTI, J.; HAUTANIEMI, J.; THESLEFF, I. – Effect of surface processing on the attachment orientation and proliferation of human gingival fibroblasts on titanium. *J. Biomed. Mater. Res.*, 26: 1325-1341, 1992.
62. KUNTSCHNER, G. – Experimental and clinical solution of the callus problem. *Sym. Biol. Hung.*, 7: 153, 1967.
63. LAING, P.G.; FERGUSON Jr., A.B.; HODGE, E.S. – Tissue reaction in rabbit muscle exposed to metallic implants. *J. Biomed. Mater. Res.*, 1: 135-149, 1967.

64. LAUTENSCHLAGER, E.P.; MONAGHAN, P. – Titanium and titanium alloys as dental materials. *Int. Dent. J.*, 43: 245-253, 1993.
65. LAVELLE, C.L. – Mucosal seal around endosseous dental implants. *J. Oral Implantol.*, 9: 357-371, 1981.
66. LEMONS, J.E. – Dental implant biomaterials. *J. Am. Dent. Assoc.*, 121: 716-719, 1990.
67. LEMONS, J.E.; PHILLIPS, R.W. – Biomateriales para los implantes dentales. *Apud: MISCH, C.E. – Implantología contemporánea*. 1ª ed., Madrid, Mosby/Doyma Libros, 1995.
68. LIEFEITH, K. et al. Characterization of the properties of differently modified titanium surfaces for dental implantology. 1: Methods for surface analysis. *Biomed. Tech.*, 43(11): 330-335, 1998
69. LIU, H.; KLEIN, C.; VAN ROSSEN, I.P.; DE GROOT, K. – A model for the evaluation of mandibular bone response to implant materials. *J. Oral Rehabil.*, 22: 283-287, 1995.

70. LUALDI, G.; MINEN, D. – *The use of titanium in advanced application systems in orthopaedic and traumatological surgery*. Casiacco, Italia. 35, 1987. *Apud*: TRIVELLATO, A.E. – *Estudo químico, macroscópico e da resistência à flexão de placas e parafusos de titânio usados na fixação interna rígida*. Piracicaba, 1999, 92p. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica – Área de Cirurgia Buco-Maxilo-Facial) Faculdade de Odontologia de Piracicaba – Unicamp.
71. LUNDSKOG, J. – Heat and bone tissue. A experimental investigation of the thermal properties of bone. *Scand. J. Plast. Reconstr. Surg.*, suppl. 9: 1-80, 1972.
72. MAZZONETTO, R. – *Análise da estrutura, da superfície e da adaptação da conexão protética de três implantes dentários endósseos. Estudo in vitro*. Araçatuba, 1997, 145p. Tese (Doutorado em Cirurgia e Traumatologia Buco-Maxilo-Facial) Faculdade de Odontologia de Araçatuba – Unesp.
73. MEFFERT, R.M. – The soft tissue interface in dental implantology. *Implantologist*, 5: 55-58, 1986.

74. MEFFERT, R.M.; BLOCK, M.S.; KENT, J.N. – What is osseointegration? *Int J Perodontics Restorative Dent.*, 7: 3-16, 1987.
75. MEFFERT, R.M.; LANGER, B.; FRITZ, M.E. – Dental implants: a review. *J. Periodontol.*, 11: 859-870, 1992.
76. MICHEL, R. – Trace metal anlysis in biocompatibility testing. *Crit. Rev. Biocompatibil.*, 3: 235, 1987.
77. MISCH, C.E. – *Implantología contemporánea*. 1ª ed., Madrid, Mosby/Doyma Libros, 1995.
78. NILSON, H. *et al.* – Titanium copings veneered with Procera ceramics: A longitudinal clinical study. *Int. J Prosthodont.*, 7: 115-119, 1994.
79. NOCITTI Jr., F.H. *Implante de titânio em fêmur de coelho. Avaliação histológica e radiográfica dos fenômenos envolvidos*. Piracicaba, 1994, 117 p.. Dissertação (mestrado em Biologia e Patologia Buco-Dental) Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Unicamp.

80. OLEFJORD, I.; HANSSON, S. – Surface analysis of four dental implant systems. *Int. J. Oral Maxillofac Implants.*, 8(1): 32-40, 1993.
81. ONG, J.L. et al. Effect of surface topography of titanium on surface chemistry and cellular response. *Implant Dent.*, 5(2): 83-88, 1996.
82. PARR, G.R. et al. – Titanium: the mystery metal of implant dentistry. Dental material aspect. *J Prosthet Dent.*, 54: 410-413, 1985.
83. PARSEGAN, V.A. – Molecular forces governing tight contact between cellular surfaces and substrates. *J. Prosthet. Dent.*, 49(6): 838-842, 1983.
84. PERRI DE CARVALHO, P.S.; JAEF, S.B.; ROSSI Jr.; R.; SANCHES, M. – Ação das brocas do sistema T.F. (Tissue Functional), com e sem irrigação externa, no tecido ósseo. Estudo histológico em coelhos. *RGO*, 42: 171-173, 1992.
85. RATNER, B.D.; JOHNSTON, A.B.; LENK, T.J. – Biomaterials surfaces. *J. Biomed. Mater. Res.*, 21: 59-89, 1987.

86. SANTOS, P.C. – *Estudo da composição química da superfície de implantes osseointegráveis de titânio por meio da espectroscopia por energia dispersiva*. São Paulo, 1997, 35p. Dissertação (Mestrado em Materiais Dentários) Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo – USP.
87. SAWASE, T. et al. Spectroscopic studies of three osseointegrated implants. *J. Dent.*, 26(2): 119-124, 1998.
88. SCHROEDER, A.; SUTTER, F.; KREKELER, G. – *Implantologia dental. Sistema básico ITI*. 1ª ed., São Paulo, Panamericana, 1994.
89. SCHUTZ, R.W.; THOMAS, D.E. – Corrosion of titanium and titanium alloys. In: *ASM Handbook – Corrosion*. ASM International Ed. – The Materials Information Society, 1987. p. 669-700.
90. SHAFER, D.M.; ROGERSON, K.; NORTON, L.; BENNETT, J. – The effect of electrical perturbation on osseointegration of titanium dental implants: a preliminary study. *J. Oral Maxillofac. Surg.*, 53: 1063-1068, 1995.

91. SIQUEIRA, J.T.T.; STIVAL, N.; DIAS, P.V. – Considerações sobre limpeza de superfícies de implantes dentários jateados. *Rev. Brasil. Implantod.*, (2)1: 6-11, 1996.
92. SISK, A.L.; STEFLIK, D.E.; PARR, G.R.; HANES, P.J. – A light and electron microscopic comparison of osseointegration of six implant types. *J. Oral Maxillofac. Surg.*, 50: 709-16, 1992.
93. SMITH, D.C. – Future directions for research on materials and design of dental implants. *J. Dent. Educ.*, 52(12): 815-820, 1988.
94. SMITH, D.C.; PILLIAR, R.M.; CHERNECKY, R. – Dental implants materials I: some effects of preparative procedures on surface topography. *J. Biomed. Mater. Res.*, 25: 1045-1068, 1991.
95. SMITH, D.C.; PILLIAR, R.M.; METSON, J.B.; MCINTYRE, N.S. – Dental implant materials II. Preparative procedures and surface spectroscopy studies. *J. Biomed. Mater. Res.*, 25(9): 1069-1084, 1992.
96. STEINEMANN, S. – As propriedades do titânio. *In*: SCHROEDER, A.; SUTTER, F.; KREKELER, G. – *Implantologia Dental*. 1ª ed., São Paulo, Panamericana, 1994.

97. TABORELLI, M. et al. - Influence of surface treatments developed for oral implants on the physical and biological properties of titanium. (I). Surface characterization. *Clin. Oral Implants Res.*, 8(3): 208-216, 1997.
98. TAIRA, M.; MOSER, J.B.; GREENER, E.H. – Studies of Ti alloys for dental casting. *Dent. Mater*, 5: 45-50, 1989.
99. TATUM, O.H. – *The Omni implant system*. Alabama Implant Congress, Birmingham, Ala, May, 1988. *Apud*: MISCH, C.E. – *Implantología contemporánea*. 1ª ed., Madrid, Mosby/Doyma Libros, 1995.
100. TITANEX GmbH – *Titanium*. Disponível na internet URL <http://titanex.com/ti/index.htm> [acessado em 17/07/2000].
101. TOREZAN, J.F.R. – *Estudo comparativo entre dois tipos de super-fícies de implantes de titânio. Análise histológica e biomecânica em tíbia de coelhos*. Piracicaba. 1998, 145p. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica – Área de Cirurgia Buco-Maxilo-Facial) Faculdade de Odontologia de Piracicaba – Unicamp.

102. 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*, 7(3): 338-344, 1992.
103. VERHOEVEN, J.D. – Scanning electron microscopy. In: *ASM Handbook – Characterization*. ASM International Ed. – The Materials Information Society, 1992. p. 490-515.
104. VIDIGAL Jr., G.M.; AVILLEZ, R.R.; GROISMAN, M.; SOUZA-PINTO, V. – Análise de três diferentes implantes osseointegrados. *Rev. Assoc. Paul. Cir. Dent.*, 47: 1135-1139, 1993.
105. WAGNER, W.C. – A brief introduction to advanced surface modification technologies. *J. Oral Implantol.*, 18: 231-235, 1992.
106. WANG, R.R.; FENTON, A. – Titanium for prosthodontic applications: A review of the literature. *Quintessence Internacional*, 27(6): 401- 408, 1996
107. WATAHA, J.C. – Materials for endosseous dental implants. *J. Oral Rehabil.*, 23: 79-90, 1996.

108. WATANABE, I. *et al.* – Effect of pressure difference on the quality of titanium casting. *Dent. Res.*, 76(3): 773-779, 1997.
109. WEISS, C.M. – Tissue integration of dental endosseous implants: description and comparative analysis of the fibro-osseous integration and osseous integration systems. *J Oral Implantol.*, 2: 169-214, 1986.
110. WENNERBERG, A. *et al.* – Design and surface characterization of 13 commercially available oral implant systems. *J. Oral Maxillofac. Implants*, 8(6): 622-633, 1993.
111. WENNERBERG, A. *et al.* – A histomorphometric and removal torque study of screw-shaped titanium implants with three different surface topographies. *Clin. Oral Implant Res.*, 6: 24-30, 1995.
112. WILLIAMS, D.R. – Implants in dental and maxillofacial surgery. *Biomaterials*, 2: 133-146, 1981.
113. WORTHINGTON, P. – Current implant usage. *J. Dent. Educ.*, 52: 692-695, 1988
114. WORTHINGTON, P.; LANG, B.R.; LAVELLE W.E. – *Osseointegration in dentistry*. Chicago, Quintessence, 1994.

115. YAMAUCHI, M.; SAKAI, M.; KAWANO, J. – Clinical applications of pure titanium for plate dentures. *Dent. Mater J*, 7: 39-47, 1988.
116. ZARB, G.A.; ALBREKTSSON, T. – Osseointegration: a requien for the periodontal ligament? *J Periodont Restorative Dent.*, 11: 89-91, 1991.

ANEXOS



Centro de Caracterização e
Desenvolvimento de Materiais
UFSCar / UNESP

ANEXO 1 - EDS (MEV) Superfície das amostras

MEM1: MET000006-geral-10kV

live time = 100 s

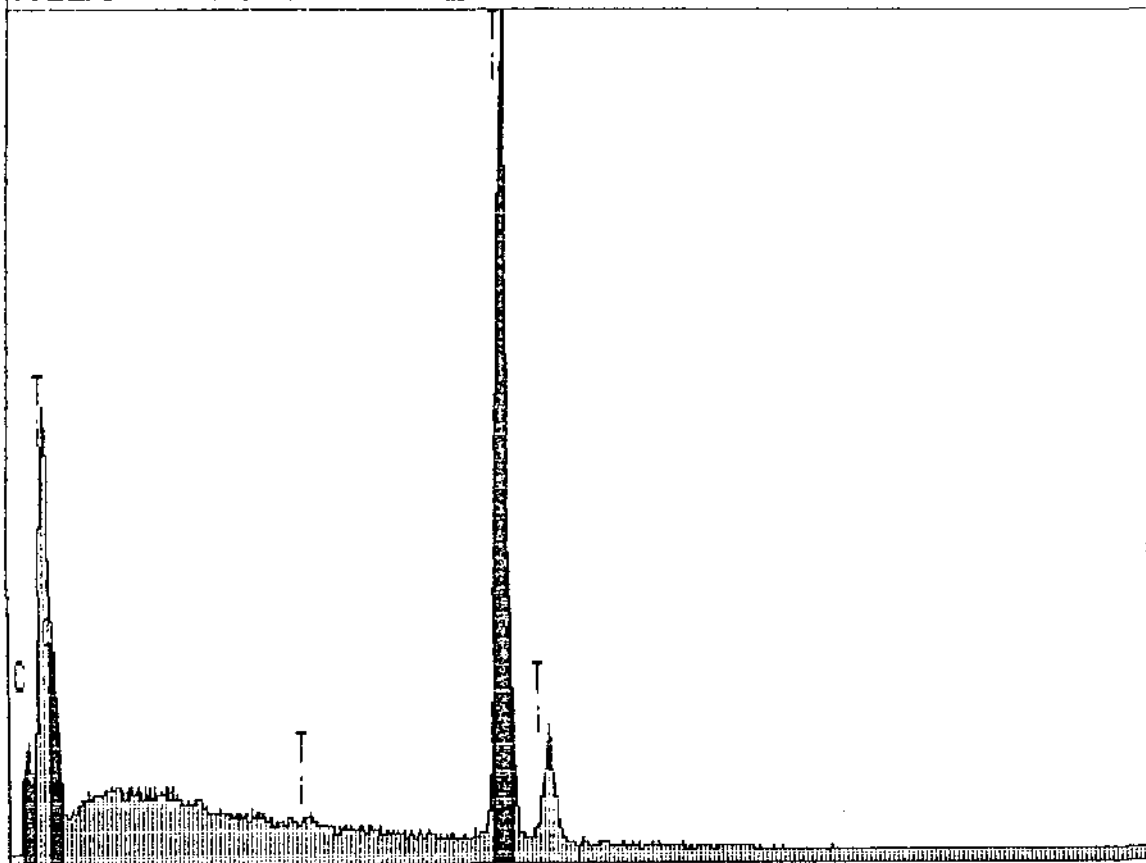
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	1838	58	1.00	.82
Ka	.48	.54	4	3437	1	1.00	.01
Ka	4.44	4.56	7	22963	6982	1.00	99.16

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 147s 32% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 270= 39 cts
MEM1: MET000006-geral-10kV

MEM1: MET000006-vale-10kV

Live time = 100 s

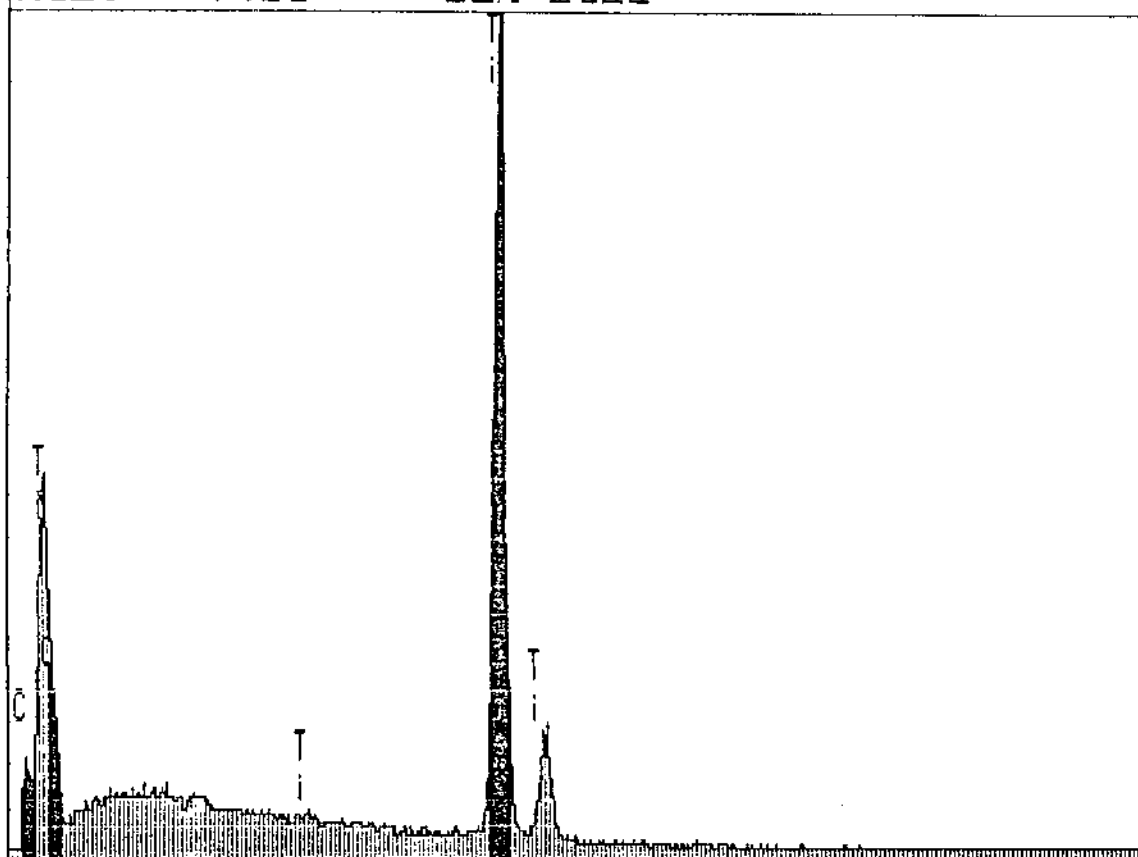
WINDOW	START	END	WIDTH	GROSS	NET	EFF.	%AGE
BEL	keV	keV	CHANS	INTEGRAL	INTEGRAL	FACTOR	TOTAL
Ka	.24	.30	4	1566	-54	1.00	-.72
Ka	.48	.54	4	2826	72	1.00	.96
Ka	4.44	4.56	7	23131	7451	1.00	99.76

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 146s 32% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 270= 66 cts
MEM1: MET000006-vale-10kV

MEM1: MET000006-vale-10kV . 1

Live time = 100 s

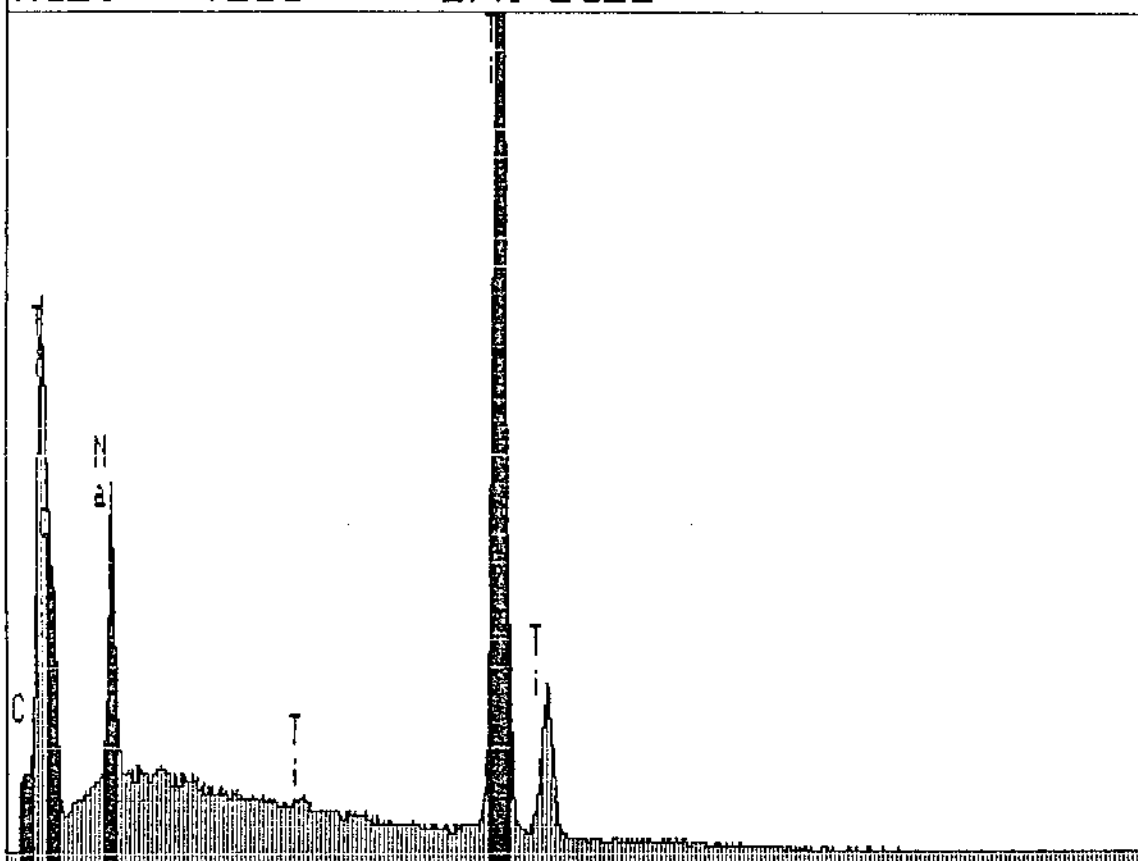
WINDOW BEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	1700	-72	1.00	-.63
Ka	.48	.54	4	5169	227	1.00	1.99
Ka	.98	1.06	5	6797	1255	1.00	11.00
Ka	4.44	4.56	7	31556	9993	1.00	87.64

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 158s 37% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 270= 80 cts
MEM1: MET000006-vale-10kV . 1

MEM1: MET000006-topo-10kV

live time = 100 s

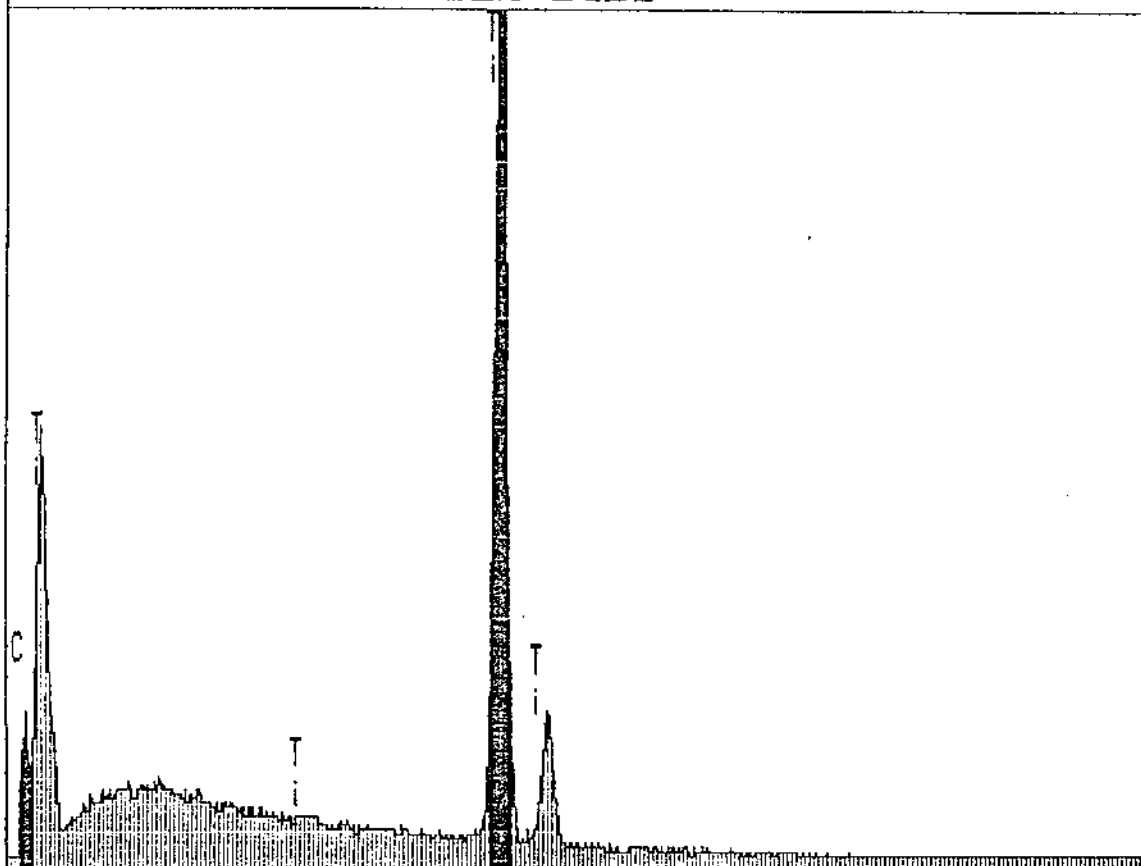
WINDOW	START	END	WIDTH	GROSS	NET	EFF.	%AGE
BEL	keV	keV	CHANS	INTEGRAL	INTEGRAL	FACTOR	TOTAL
Ka	.24	.30	4	2285	189	1.00	2.06
Ka	4.44	4.56	7	27351	9008	1.00	97.94

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 148s 32% Dead

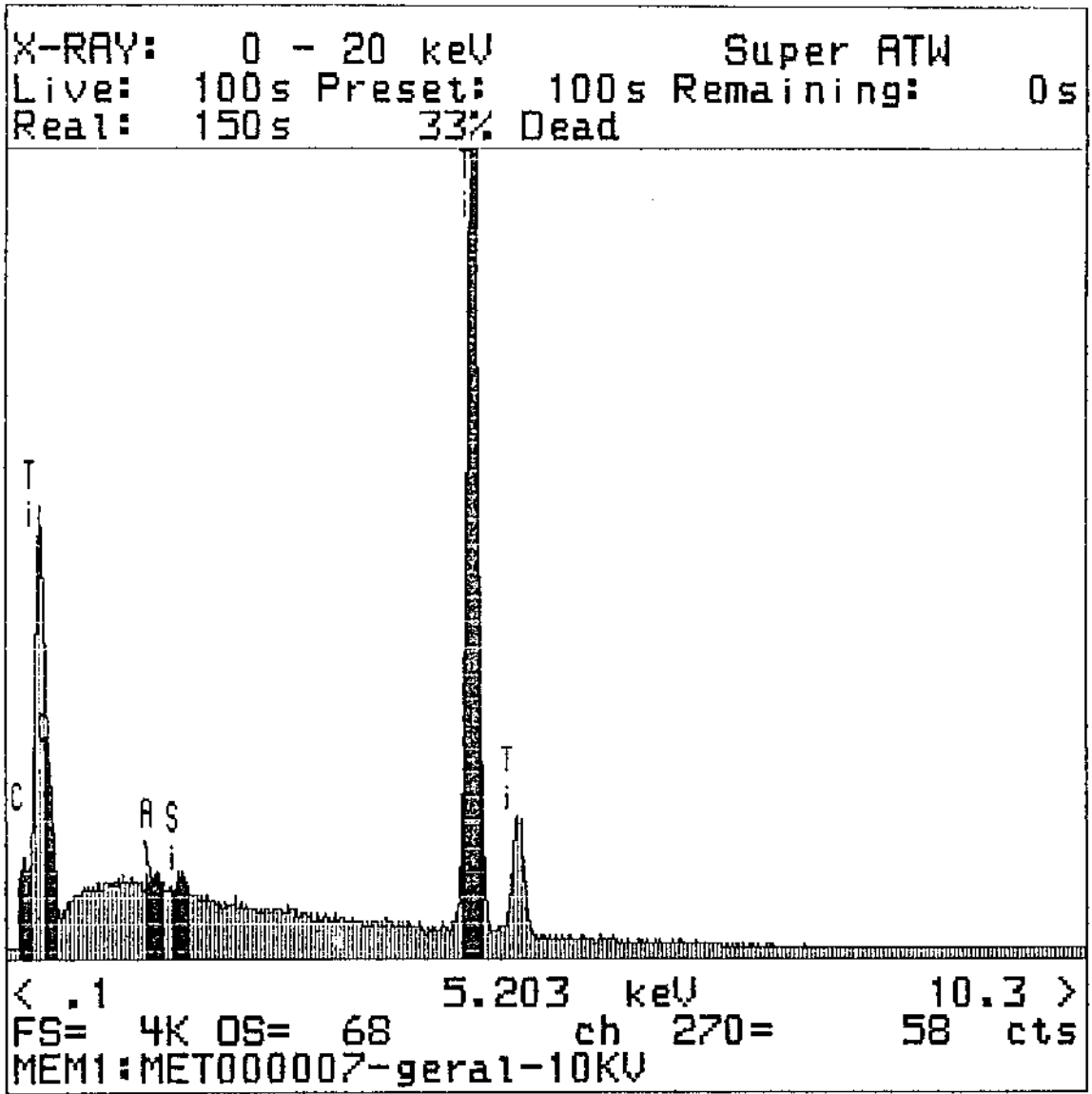


< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 270= 65 cts
MEM1: MET000006-topo-10kV

MEM1: MET000007-geral-10KV

Live time = 100 s

WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	1735	-29	1.00	-.29
Ka	.48	.54	4	3470	72	1.00	.72
Ka	1.42	1.52	6	2239	109	1.00	1.09
Ka	1.68	1.78	6	2119	181	1.00	1.82
Ka	4.44	4.56	7	28349	9631	1.00	96.66



MEM1: MET000007-vale-10KV

live time = 100 s

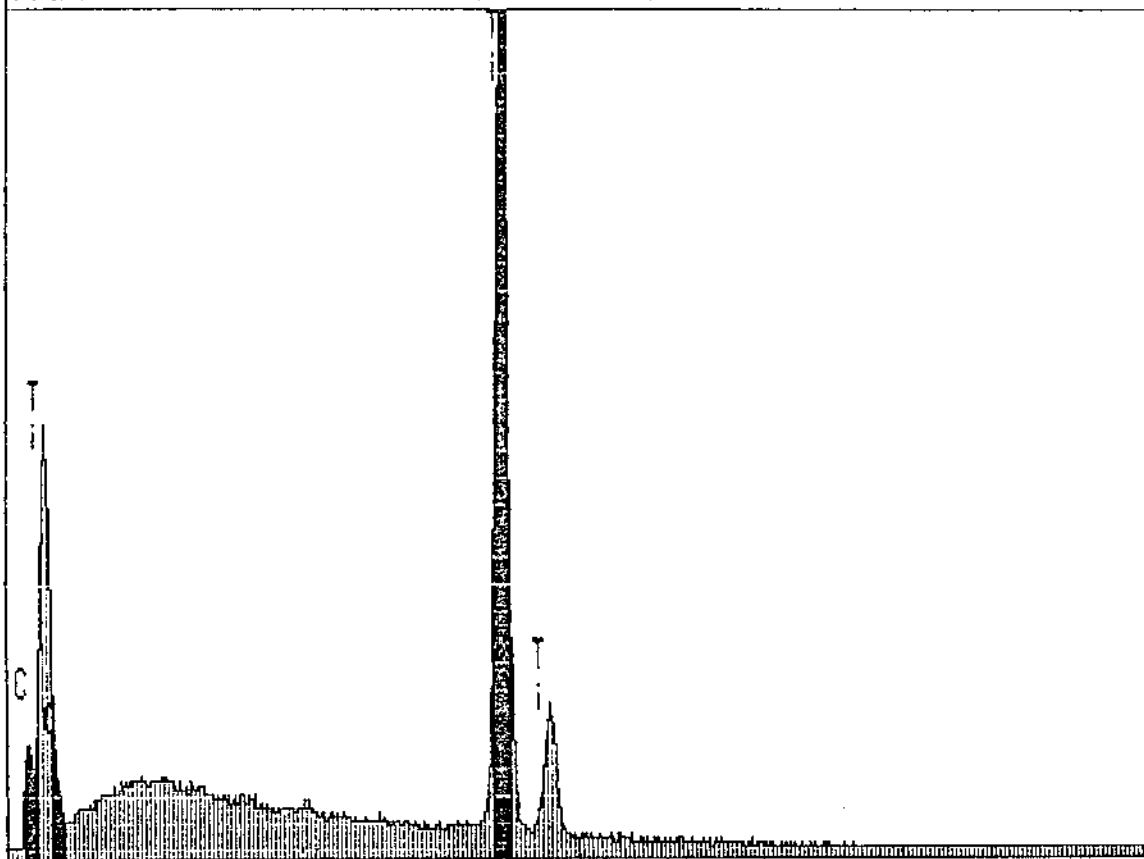
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	1872	60	1.00	.65
Ka	.48	.54	4	1838	-190	1.00	-2.05
Ka	4.44	4.56	7	28885	9394	1.00	101.40

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 148s 32% Dead



< .1 5.183 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 269= 52 cts
MEM1: MET000007-vale-10KV

MEM1: MET000007-topo-10KV

ivetime = 100 s

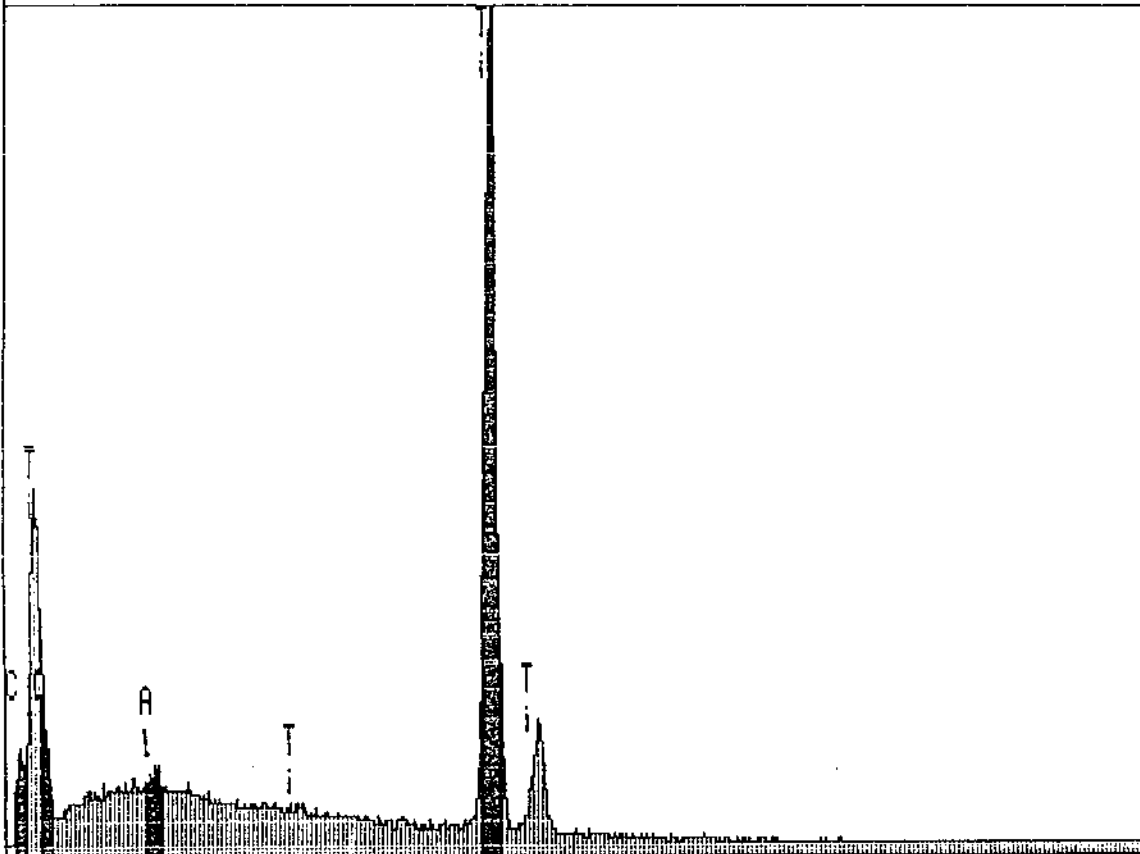
WINDOW ABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	1754	56	1.00	.71
Ka	.48	.54	4	2142	-44	1.00	-.56
AlKa	1.42	1.52	6	2152	85	1.00	1.08
SiKa	4.44	4.56	7	23798	7765	1.00	98.77

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 143s 30% Dead



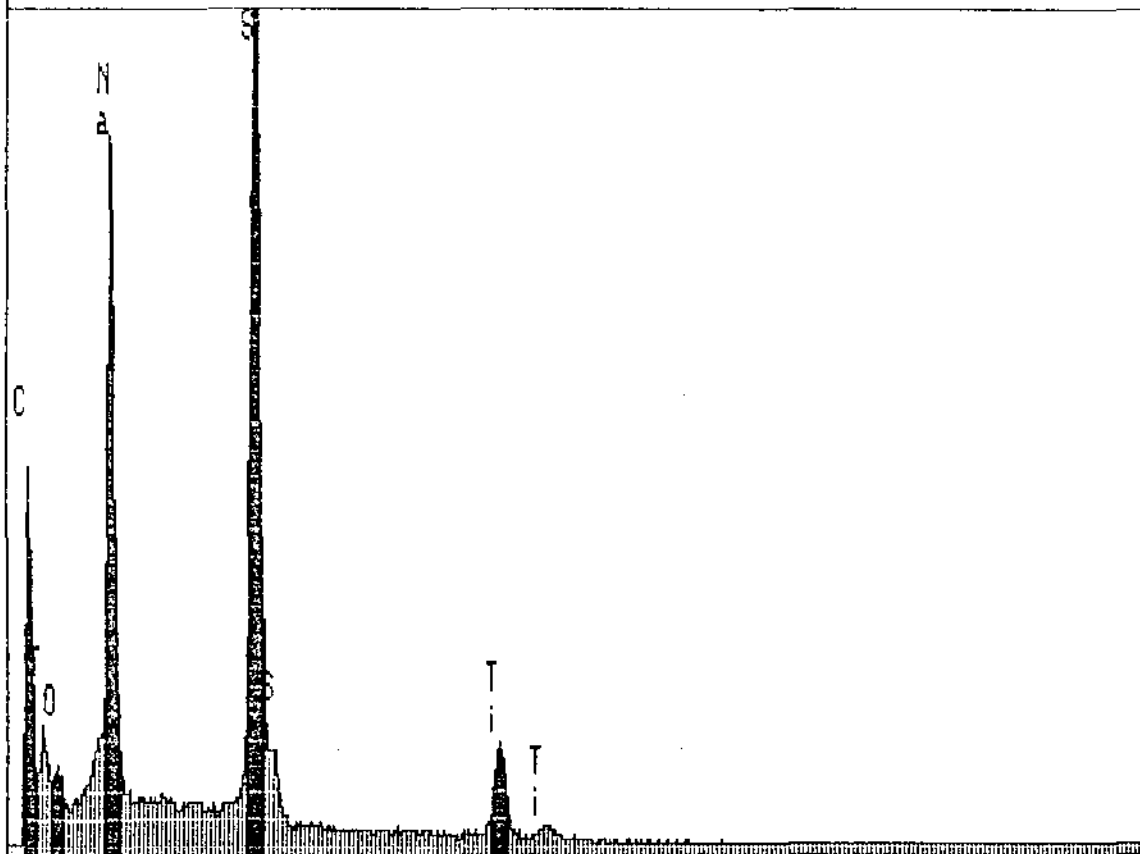
< .1 5.243 keV 10.4 >
FS= 4K OS= 68 ch 272= 47 cts
MEM1: MET000007-topo-10KV

EM1: MET000007-topo-10KV . 1

live time = 100 s

WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	5672	912	1.00	7.51
Ka	.48	.54	4	1442	76	1.00	.63
CaKa	.98	1.06	5	13420	3383	1.00	27.85
Ka	2.24	2.34	6	22961	7073	1.00	58.24
LiKa	4.44	4.56	7	2794	701	1.00	5.77

X-RAY: 0 - 20 keV Super ATW
Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s
Real: 144s 31% Dead



< .1 5.183 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 269= 45 cts
MEM1: MET000007-topo-10KV . 1

MEM1: MET000007-topo-10KV . 2

Live time = 100 s

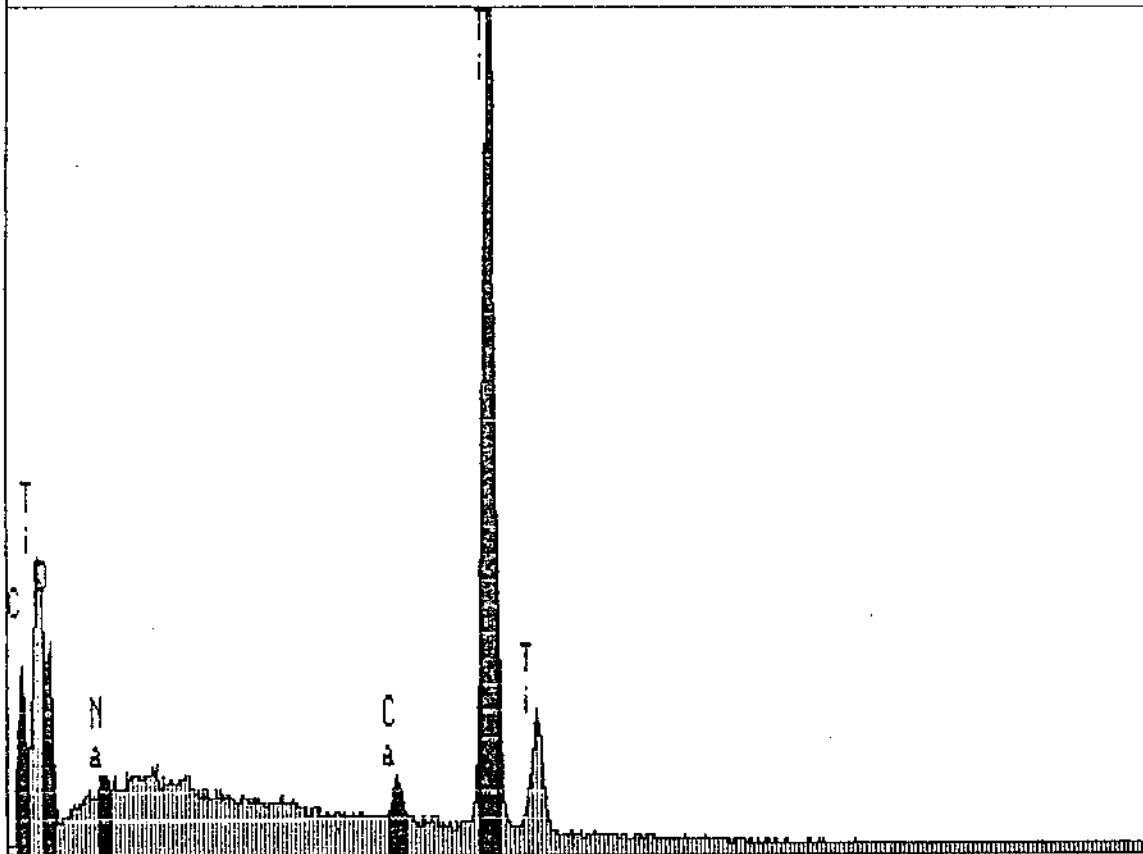
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	2891	247	1.00	2.61
Ka	.48	.54	4	3540	322	1.00	3.40
NaKa	.98	1.06	5	1607	50	1.00	.52
CaKa	3.62	3.74	7	1920	426	1.00	4.49
TiKa	4.44	4.56	7	25363	8423	1.00	88.97

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 146s 32% Dead



< .1 5.243 keV 10.4 >
 FS= 4K OS= 68 ch 272= 61 cts
 MEM1: MET000007-topo-10KV . 2

MEM1: MET000008-geral-10KV

Live time = 100 s

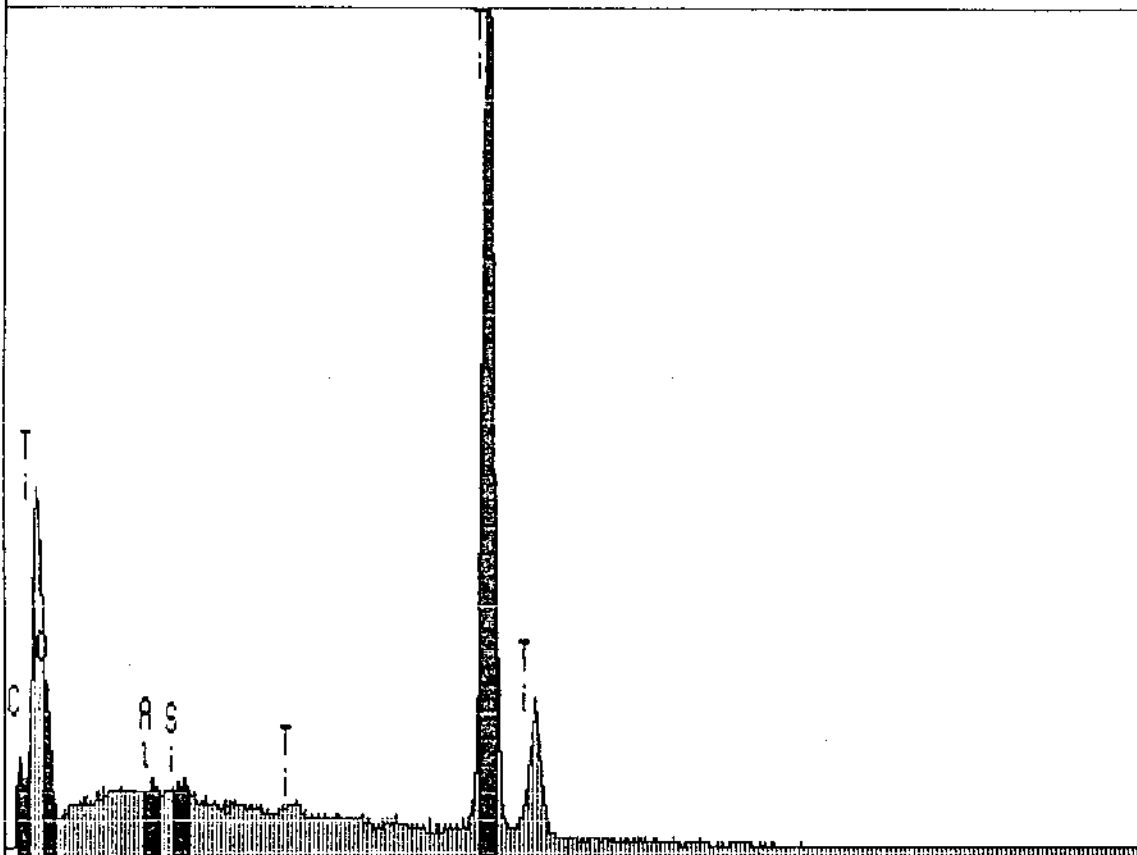
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	1488	-24	1.00	-.26
Ka	.48	.54	4	2740	176	1.00	1.89
AlKa	1.42	1.52	6	1788	93	1.00	1.00
SiKa	1.68	1.78	6	1840	34	1.00	.37
SiKa	4.44	4.56	7	27186	9018	1.00	97.00

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 146s 32% Dead



< .1 5.223 keV 10.3 >

FS= 4K OS= 68 ch 271= 52 cts

MEM1: MET000008-geral-10KV

MEM1: MET000008-vale-10KV

Livetime = 100 s

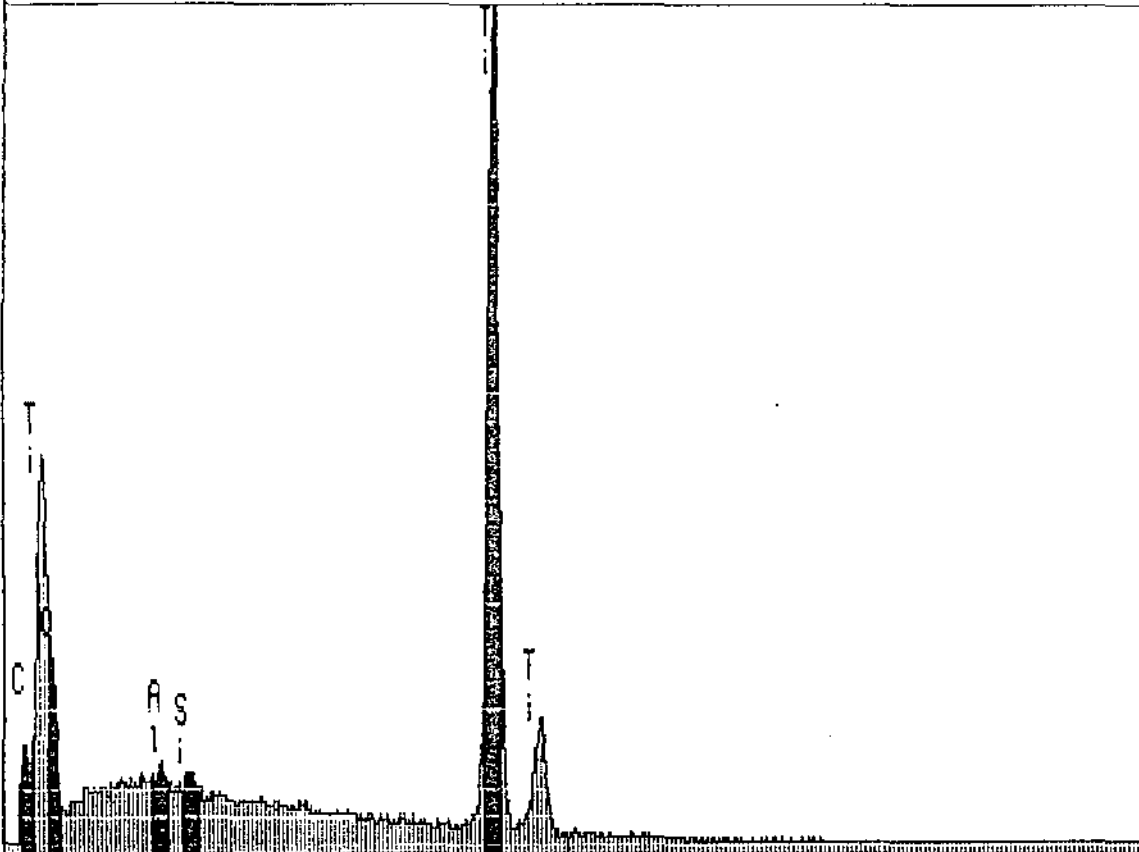
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	1769	25	1.00	.30
Ka	.48	.54	4	3214	44	1.00	.53
AlKa	1.42	1.52	6	2030	224	1.00	2.71
SiKa	1.68	1.78	6	1944	102	1.00	1.24
SiKa	4.44	4.56	7	24045	7861	1.00	95.22

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 148s 32% Dead



< .1

5.183 keV

10.3 >

FS= 4K OS= 68

ch 269=

35 cts

MEM1: MET000008-vale-10KV

EM1: MET000008-vale-10KV . 1

live time = 100 s

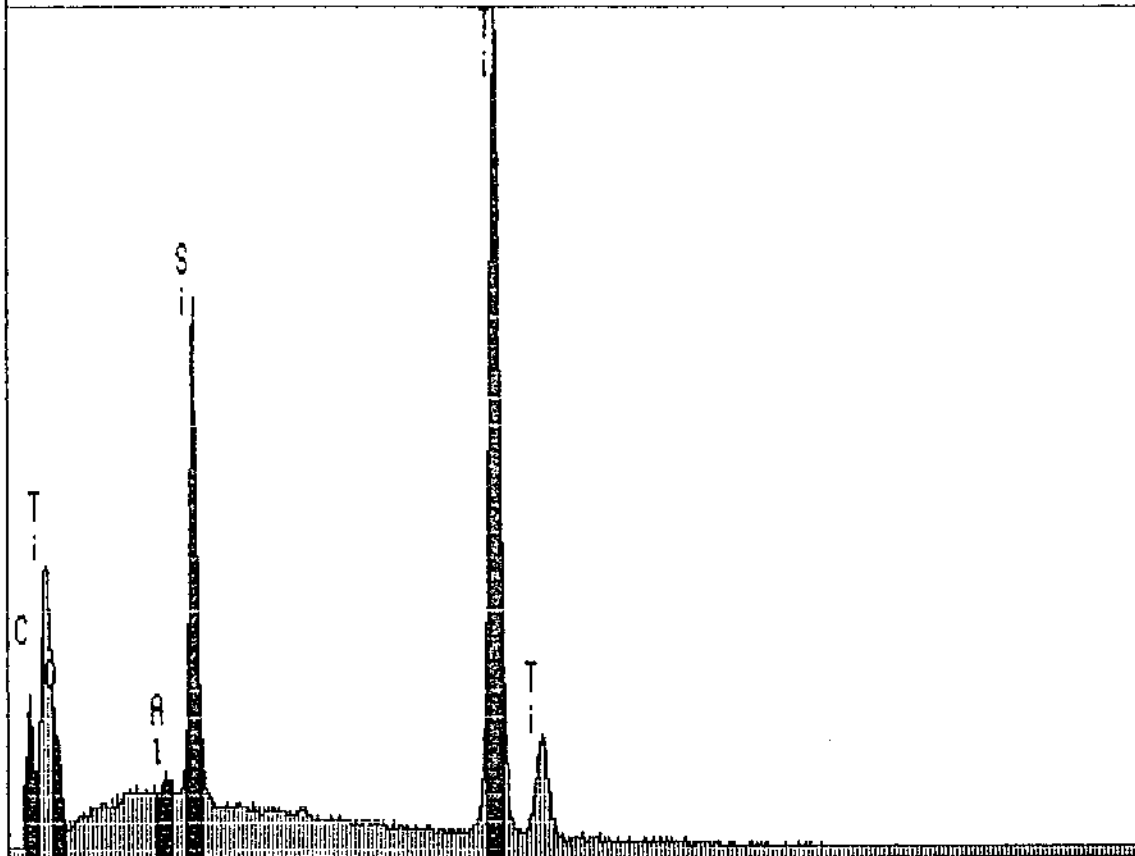
WINDOW ABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	2443	291	1.00	2.43
Ka	.48	.54	4	2212	8	1.00	.07
lKa	1.42	1.52	6	1965	156	1.00	1.30
iKa	1.68	1.78	6	11686	4120	1.00	34.45
iKa	4.44	4.56	7	22263	7385	1.00	61.75

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 146s 32% Dead



< .1 5.183 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 269= 59 cts
MEM1: MET000008-vale-10KV . 1

MEM1: MET000008-topo-10KV

Live time = 100 s

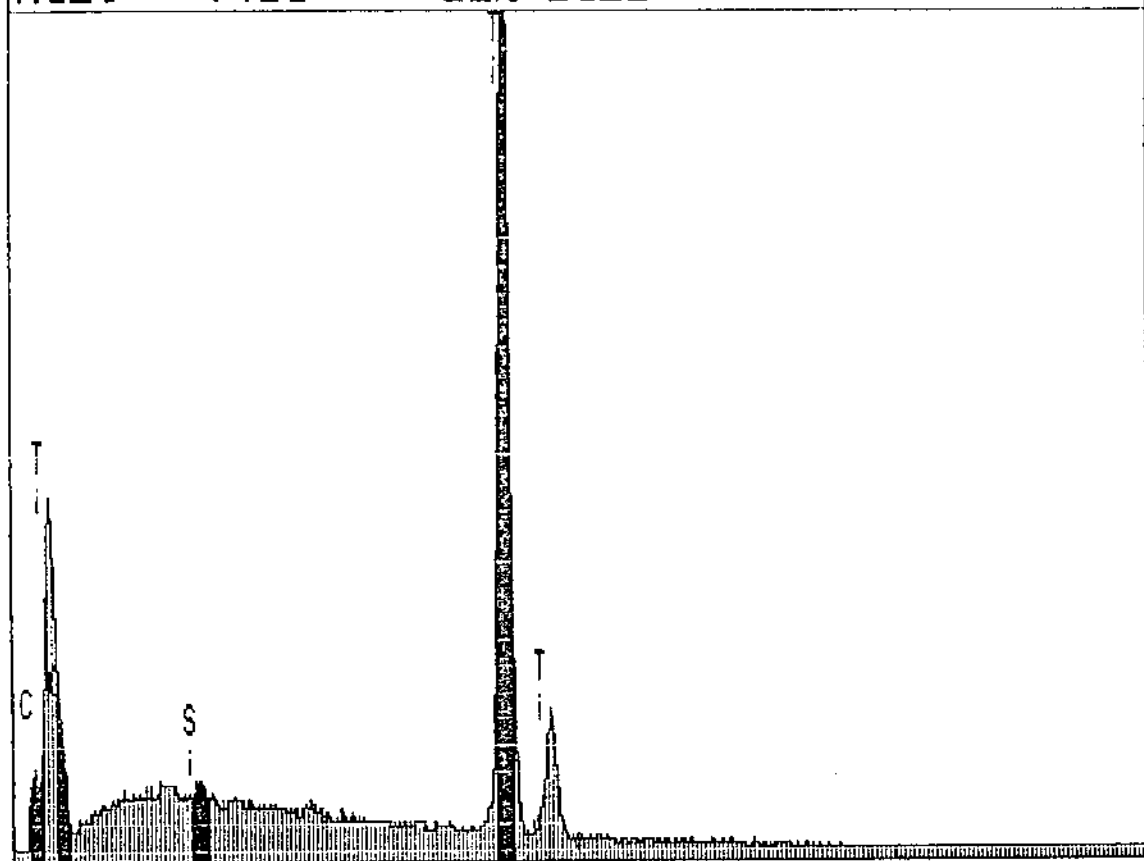
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	1484	44	1.00	.49
Ka	.48	.54	4	2368	-14	1.00	-.16
SiKa	1.68	1.78	6	1953	147	1.00	1.64
SiKa	4.44	4.56	7	27801	8779	1.00	98.02

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 146s 32% Dead



< .1 5.183 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 269= 53 cts
MEM1: MET000008-topo-10KV

EM1: MET000009-geral-10KV

Live time = 100 s

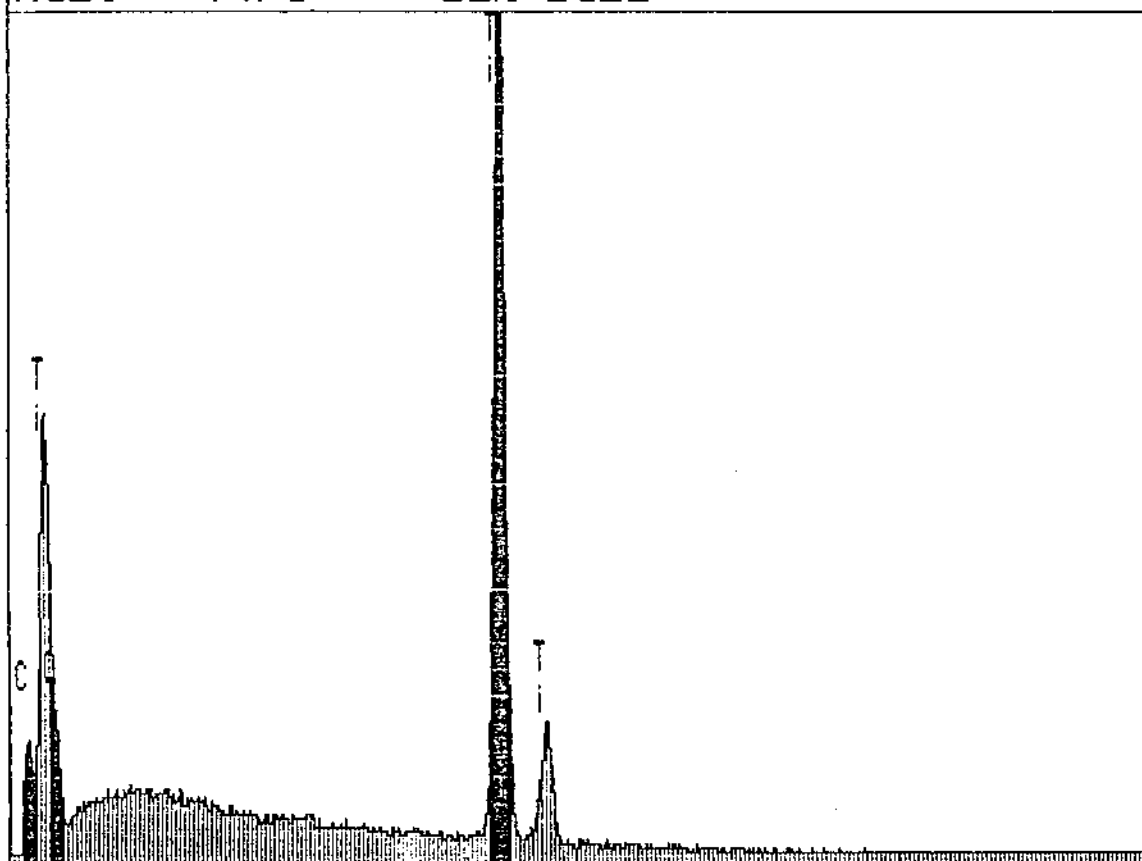
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	2030	80	1.00	.91
Ka	.48	.54	4	2641	-13	1.00	-.15
SiKa	4.44	4.56	7	25901	8685	1.00	99.23

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 147s 32% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 270= 43 cts
MEM1: MET000009-geral-10KV

MEM1: MET000009-vale-10KV

Live time = 100 s

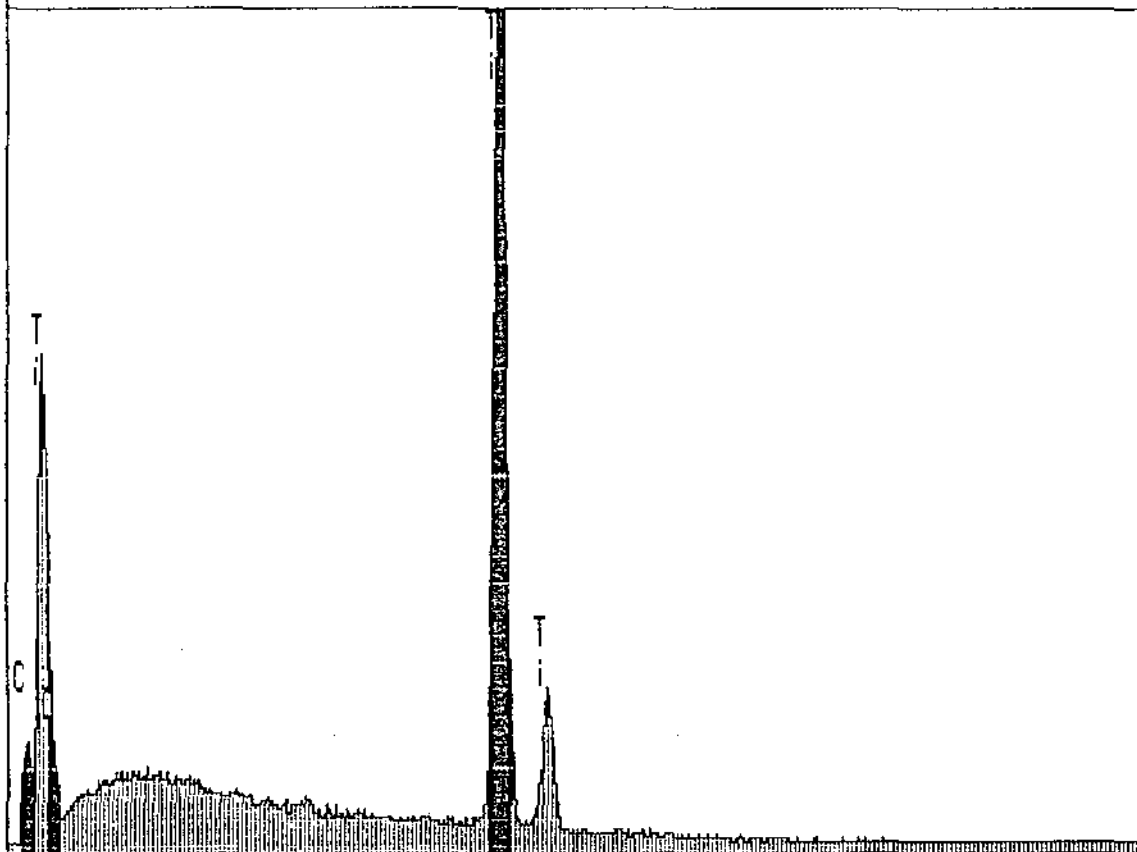
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
C Ka	.24	.30	4	1846	46	1.00	.47
Ka	.48	.54	4	2096	-258	1.00	-2.66
Ti Ka	4.44	4.56	7	29431	9922	1.00	102.18

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 150s 33% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 270= 75 cts
MEM1: MET000009-vale-10KV

MEM1: MET000009-vale-10KV . 1

Live time = 100 s

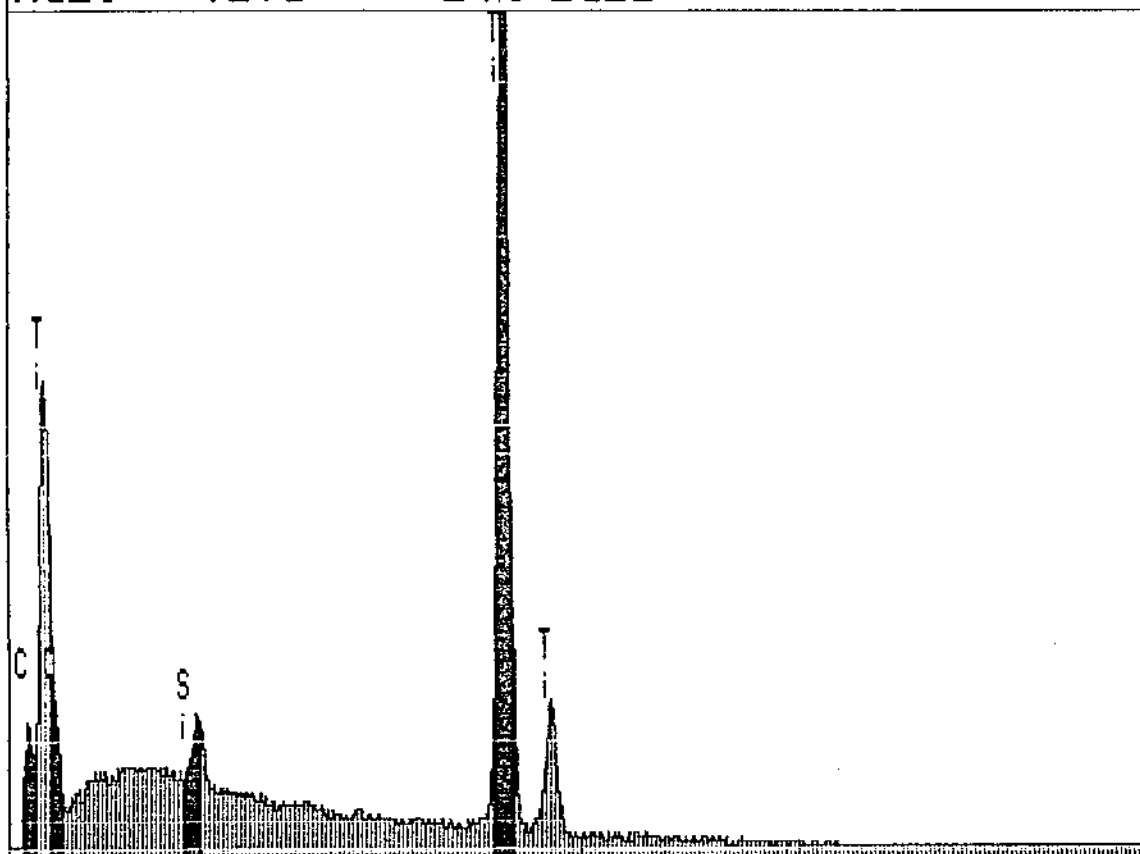
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	2166	42	1.00	.45
Ka	.48	.54	4	2744	-90	1.00	-.96
iKa	1.68	1.78	6	3175	88	1.00	.94
iKa	4.44	4.56	7	27749	9339	1.00	99.57

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 151s 34% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 270= 56 cts
MEM1: MET000009-vale-10KV . 1

MEM1: MET000009-topo-10KV

Live: 100 s

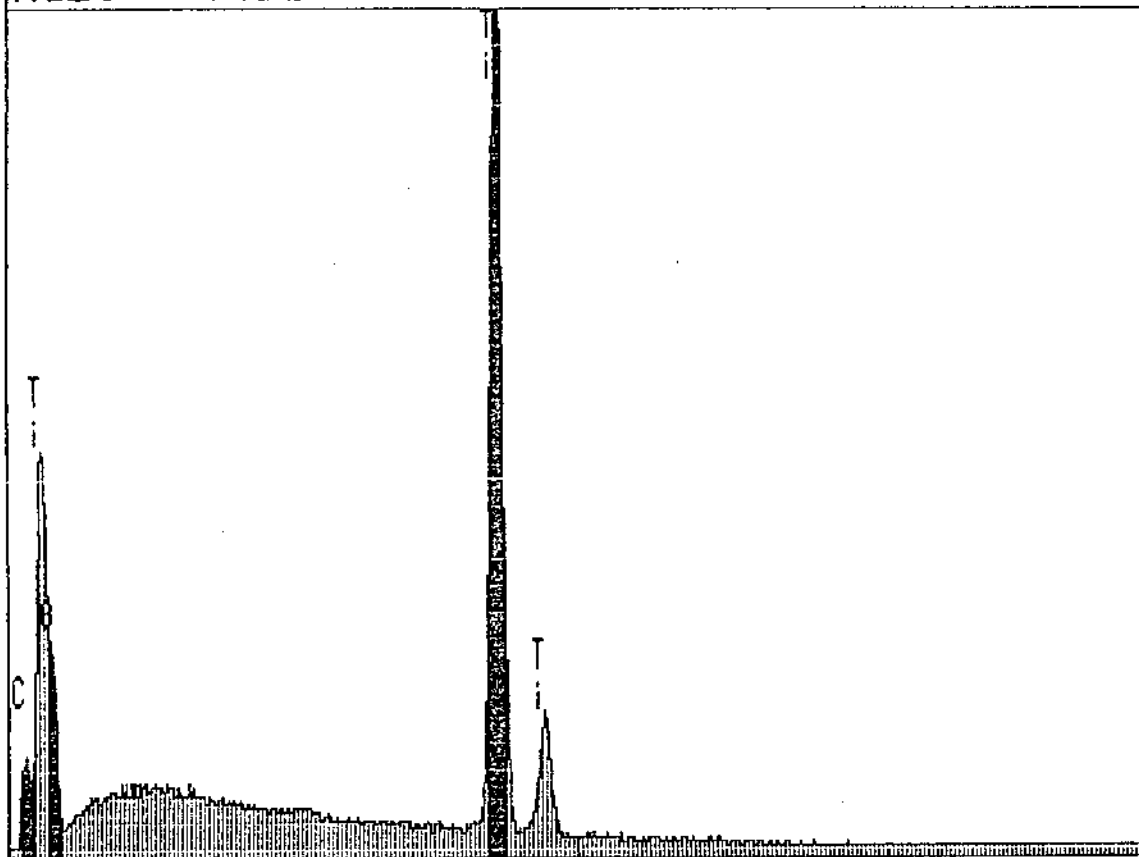
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	1627	99	1.00	1.05
Ka	.48	.54	4	3424	168	1.00	1.79
TiKa	4.44	4.56	7	26674	9122	1.00	97.16

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 146s 32% Dead



< .1 5.223 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 271= 58 cts
MEM1: MET000009-topo-10KV

MEM1: MET000009-topo-10KV . 2

Live time = 100 s

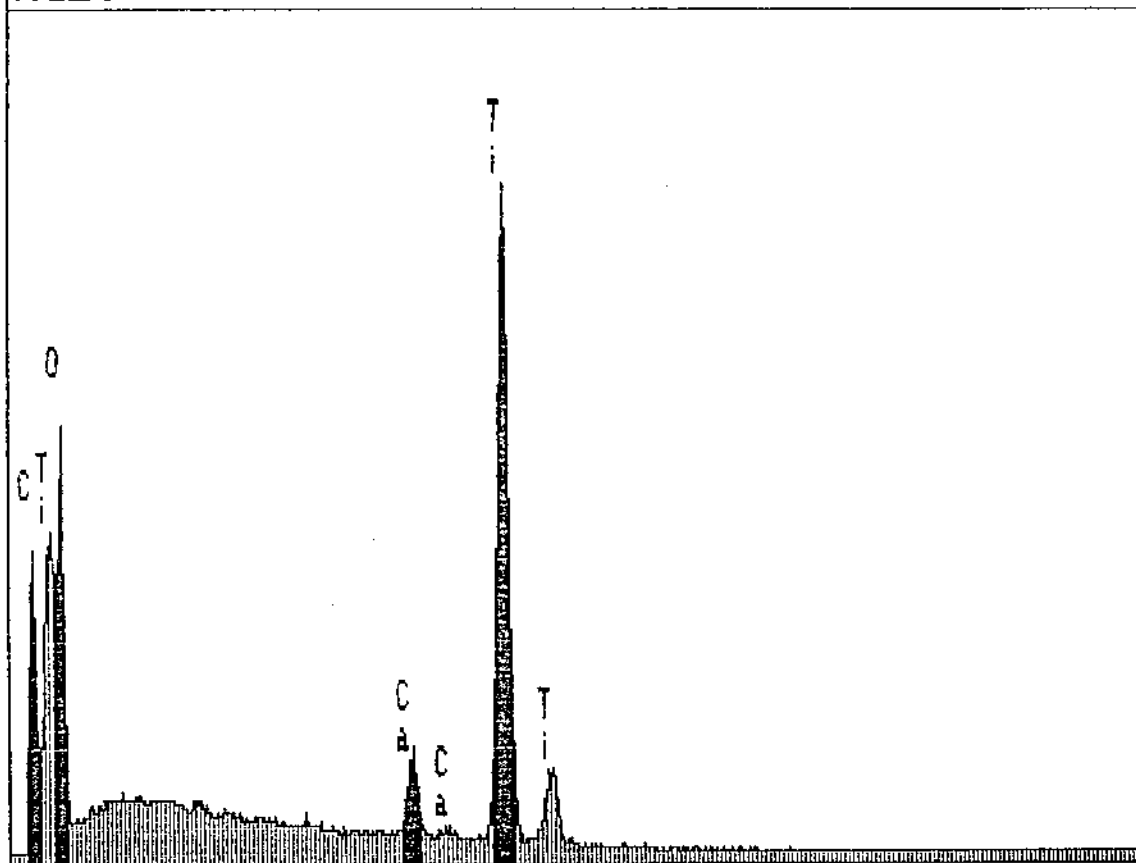
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	4529	653	1.00	7.79
Ka	.48	.54	4	6670	1060	1.00	12.65
CaKa	3.62	3.74	7	2776	673	1.00	8.03
TiKa	4.44	4.56	7	17049	5993	1.00	71.53

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 142s 30% Dead



< .0 5.163 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 268= 49 cts
MEM1: MET000009-topo-10KV . 2

MEM1: MET000009-topo-10KV . 3

Live time = 100 s

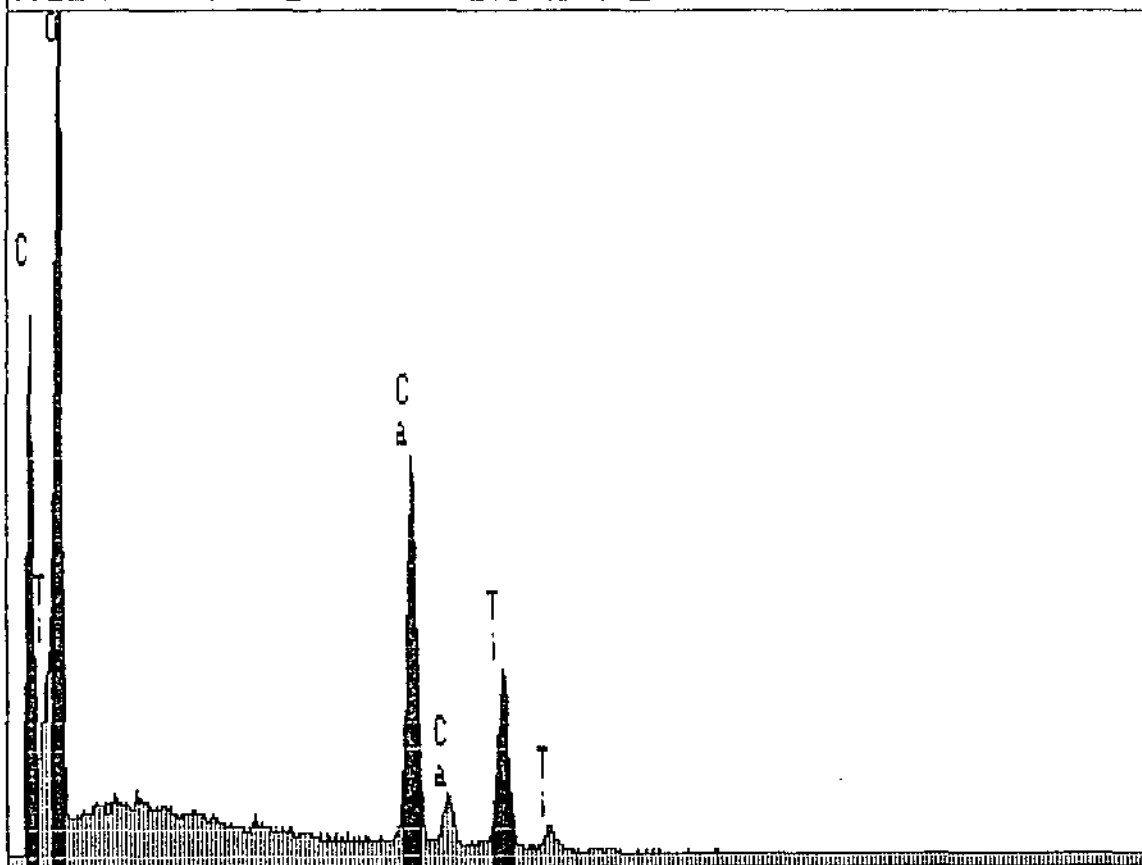
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	7937	1267	1.00	13.01
Ka	.48	.54	4	15738	3134	1.00	32.18
CaKa	3.62	3.74	7	9913	3606	1.00	37.03
TiKa	4.44	4.56	7	4828	1731	1.00	17.77

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 142s 30% Dead



< .0 5.163 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 268= 26 cts
MEM1: MET000009-topo-10KV . 3

EM1: MET000010-geral-10KV

Live time = 100 s

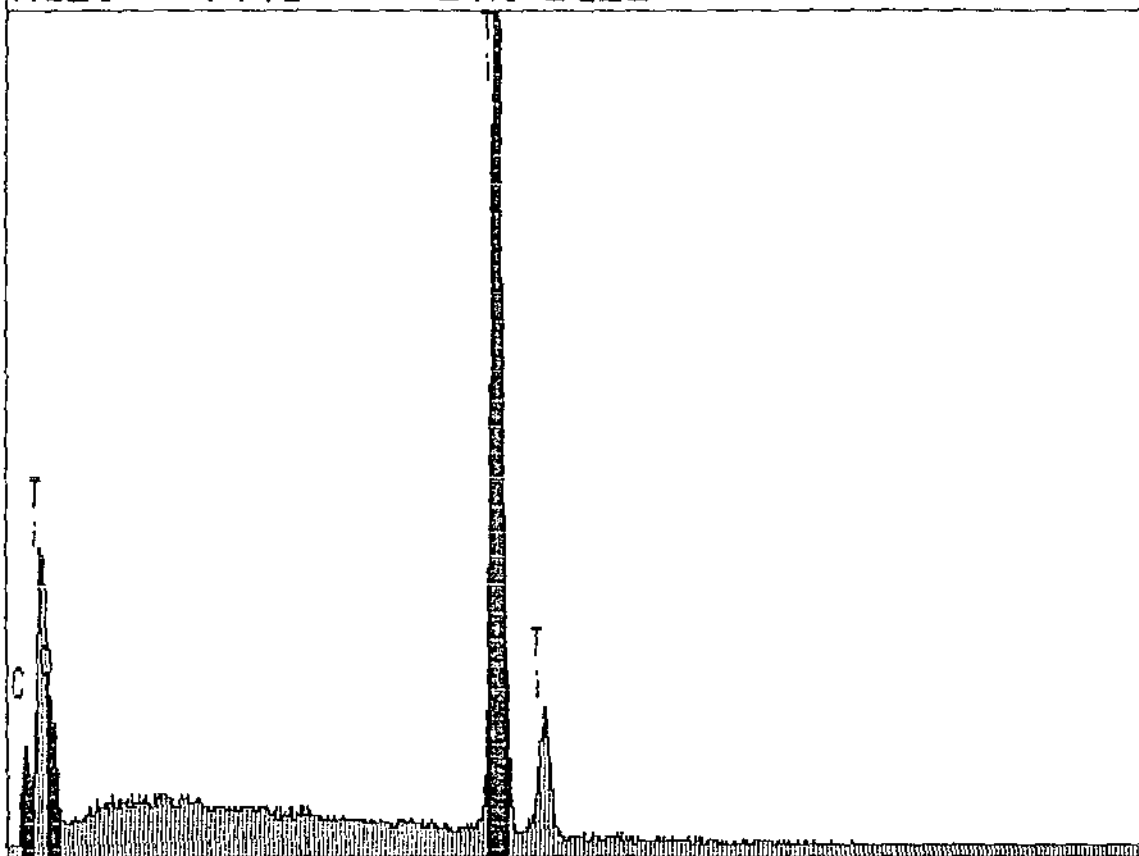
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
C Ka	.24	.30	4	1759	59	1.00	.63
O Ka	.48	.54	4	2376	62	1.00	.66
PiKa	4.44	4.56	7	26744	9213	1.00	98.70

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 144s 31% Dead



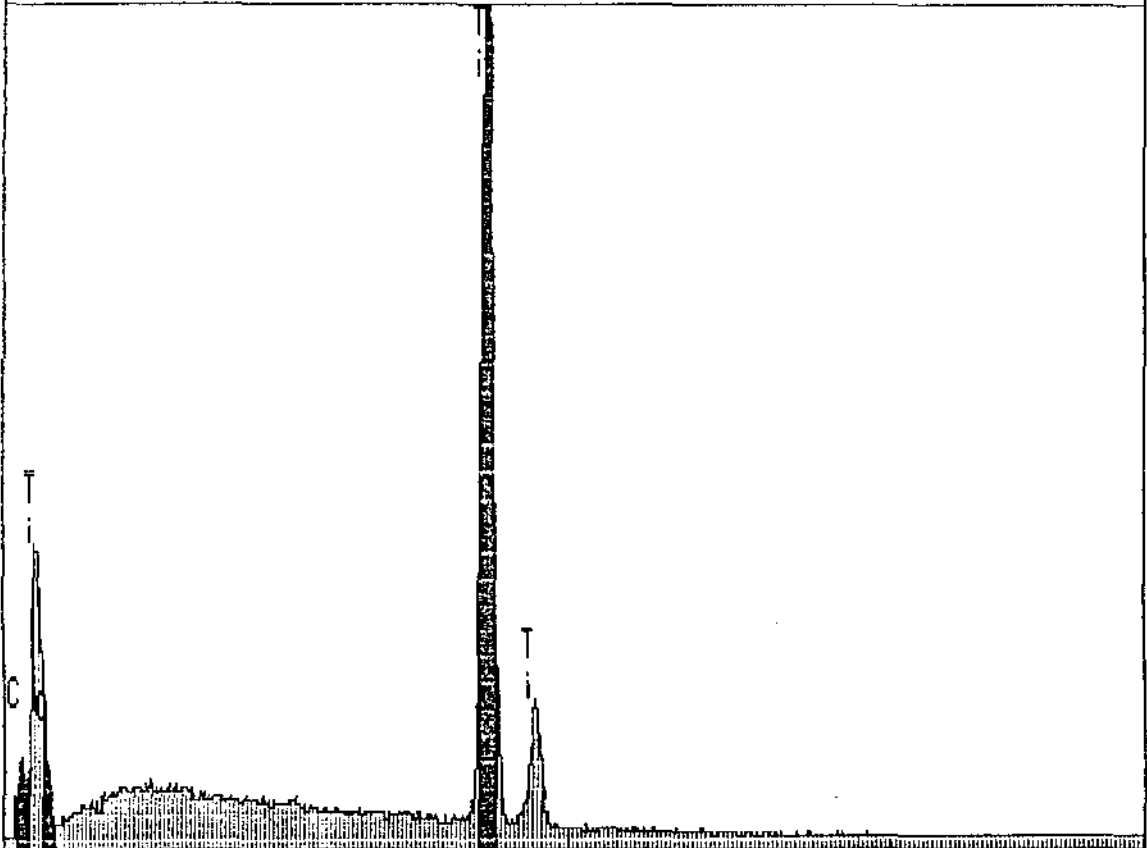
< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 270= 44 cts
MEM1: MET000010-geral-10KV

EM1: MET000010-vale-10KV

ivetime = 100 s

WINDOW	START	END	WIDTH	GROSS	NET	EFF.	%AGE
ABEL	keV	keV	CHANS	INTEGRAL	INTEGRAL	FACTOR	TOTAL
Ka	.24	.30	4	1457	47	1.00	.52
Ka	.48	.54	4	1590	-112	1.00	-1.23
CaKa	4.44	4.56	7	27209	9174	1.00	100.71

X-RAY: 0 - 20 keV Super ATW
Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s
Real: 144s 31% Dead



< .1 5.223 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 271= 47 cts
MEM1:MET000010-vale-10KV

MEM1: MET000010-vale-10KV . 1

Live time = 100 s

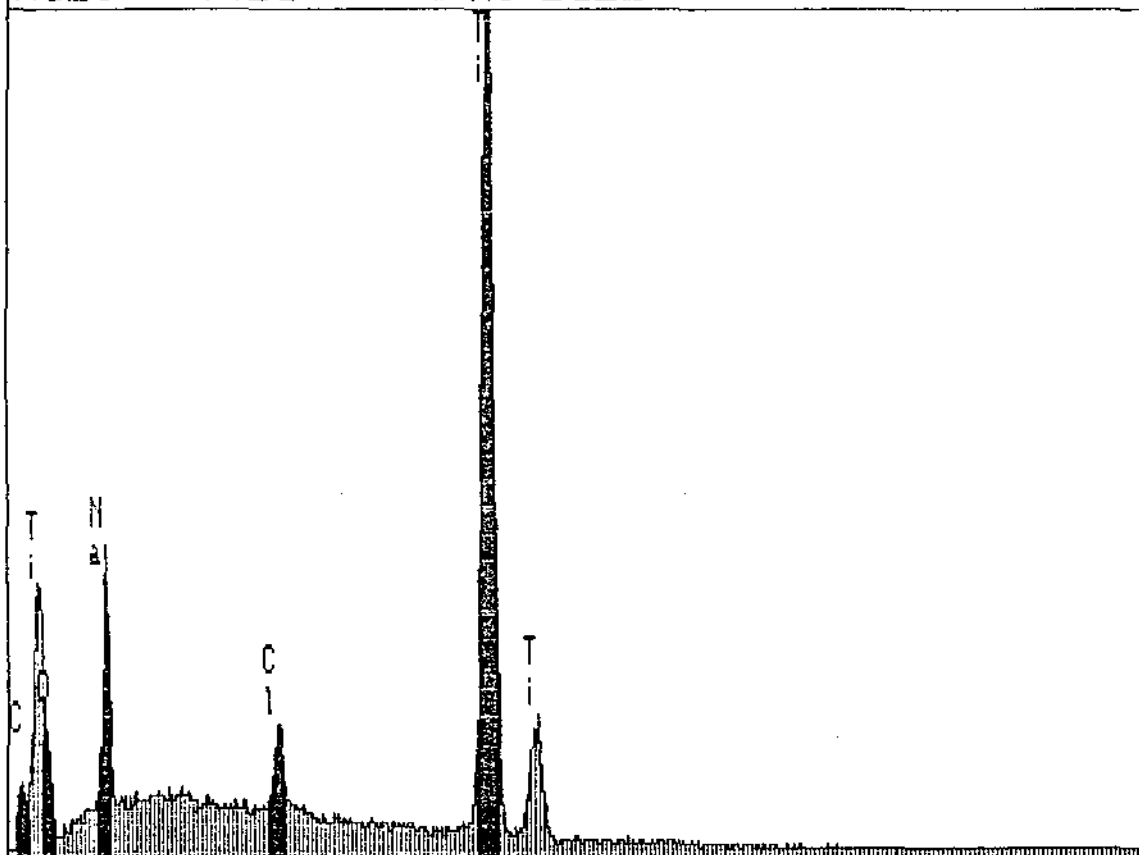
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	1160	68	1.00	.64
Ka	.48	.54	4	1891	79	1.00	.75
CaKa	.98	1.06	5	5298	1193	1.00	11.32
Ka	2.56	2.66	6	3125	680	1.00	6.45
Ka	4.44	4.56	7	26016	8523	1.00	80.84

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 145s 31% Dead



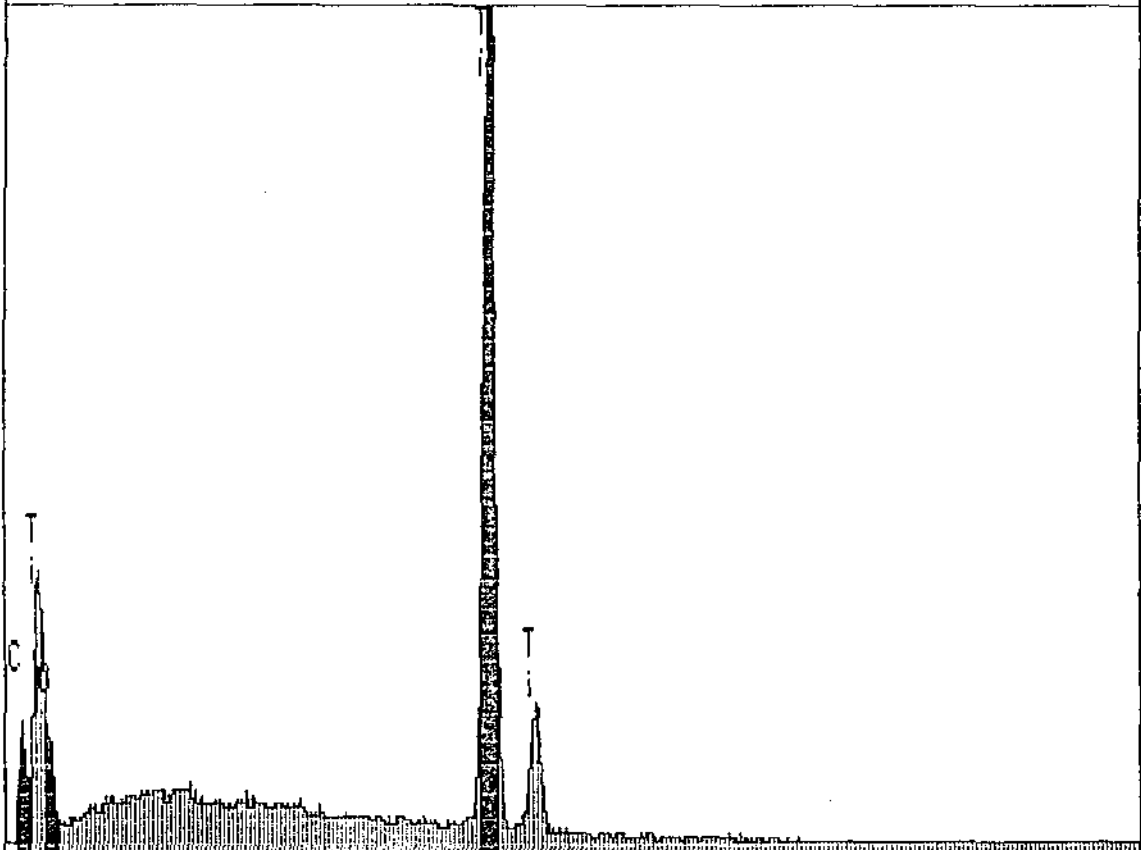
< .1 5.243 keV 10.4 >
FS= 4K OS= 68 ch 272= 57 cts
MEM1: MET000010-vale-10KV . 1

EM1: MET000010-topo-10KV

Live time = 100 s

WINDOW	START	END	WIDTH	GROSS	NET	EFF.	%AGE
ABEL	keV	keV	CHANS	INTEGRAL	INTEGRAL	FACTOR	TOTAL
Ka	.24	.30	4	1919	257	1.00	2.57
Ka	.48	.54	4	1943	95	1.00	.95
Ka	4.44	4.56	7	26567	9652	1.00	96.48

X-RAY: 0 - 20 keV Super ATW
Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s
Real: 143s 30% Dead



< .1 5.223 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 68 ch 271= 57 cts
MEM1: MET000010-topo-10KV



Centro de Caracterização e
Desenvolvimento de Materiais
UFSCar / UNESP

ANEXO 2 - EDS (MEV)

Região transversal das amostras

MEM1: MET 000006 - geral

Live time = 100 s

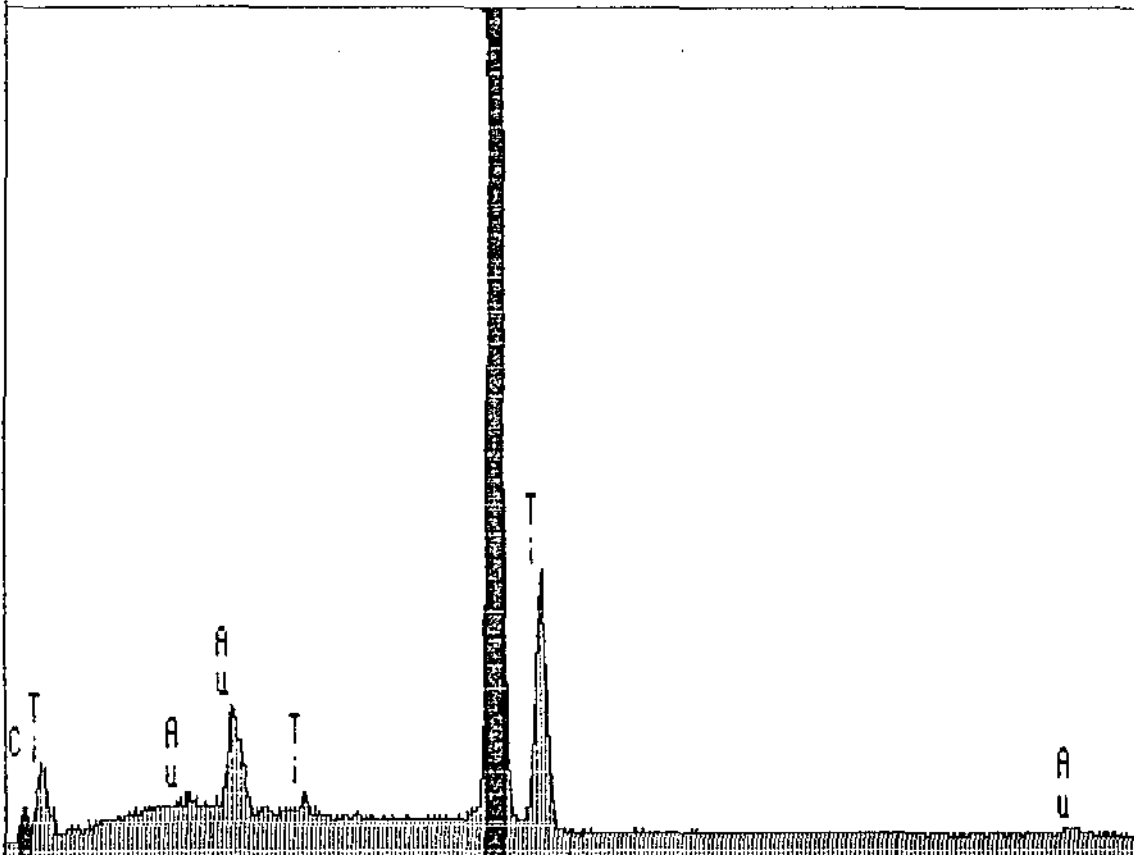
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	553	67	1.00	.34
Ka	4.44	4.56	7	54050	19358	1.00	99.66

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 150s 33% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 100 ch 270= 63 cts
MEM1: MET 000006 - geral

01: MET 000006 . 1

Live time = 100 s

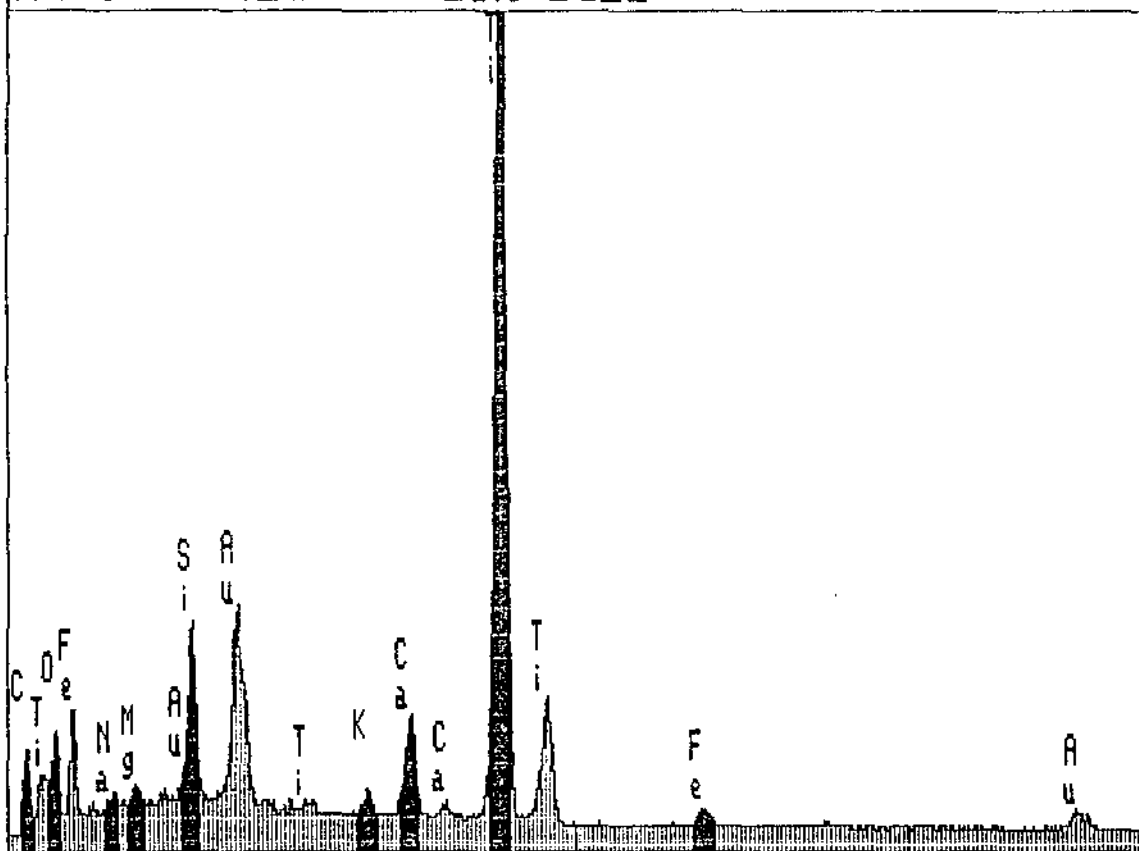
WINDOW BEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	1318	184	1.00	1.42
Ka	.48	.54	4	1763	281	1.00	2.17
Ka	.98	1.06	5	933	21	1.00	.16
Ka	1.20	1.28	5	1130	128	1.00	.99
Ka	1.68	1.78	6	4768	1303	1.00	10.09
Ka	3.24	3.36	7	1230	177	1.00	1.37
Ka	3.62	3.74	7	3209	1043	1.00	8.07
Ka	4.44	4.56	7	27141	9543	1.00	73.86
Ka	6.32	6.46	8	854	242	1.00	1.87

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 143s 30% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 100 ch 270= 57 cts
MEM1: MET 000006 . 1

EM1: MET 000006 . 2

Live time = 100 s

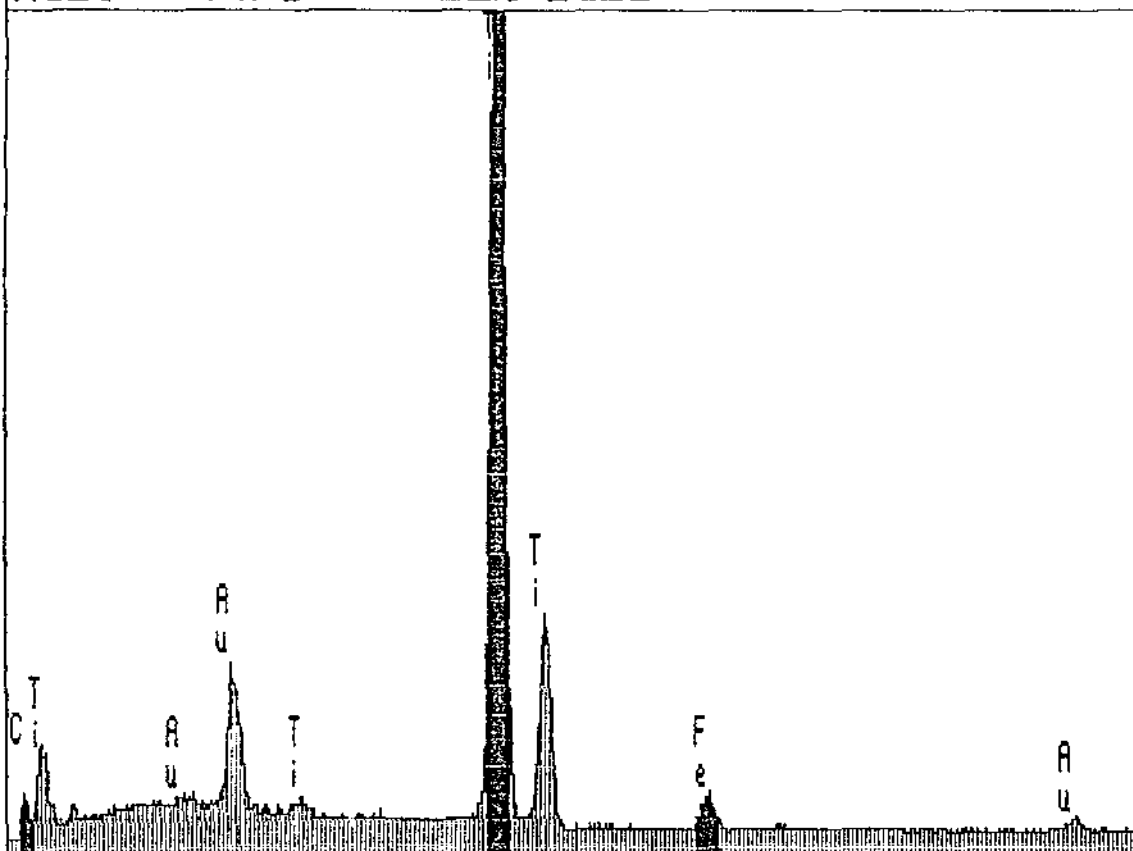
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	681	23	1.00	.14
LiKa	4.44	4.56	7	44358	15788	1.00	97.49
eKa	6.32	6.46	8	1471	383	1.00	2.37

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 147s 32% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 100 ch 270= 61 cts
MEM1:MET 000006 . 2

MEM1: MET 000007 - geral

Live time = 100 s

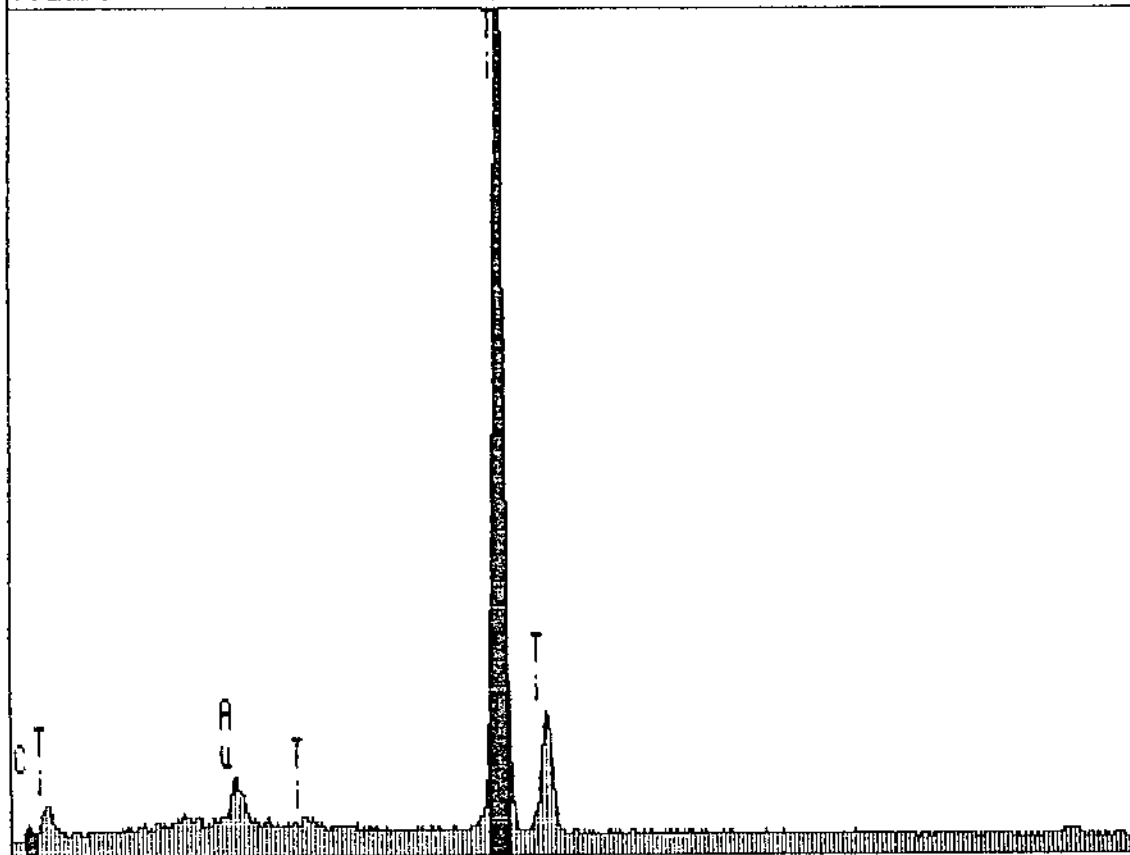
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	242	16	1.00	.17
Ka	4.44	4.56	7	25636	9442	1.00	99.83

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 129s 22% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 100 ch 270= 29 cts
MEM1: MET 000007 - geral

MEM1: MET 000007 . 1

Live time = 100 s

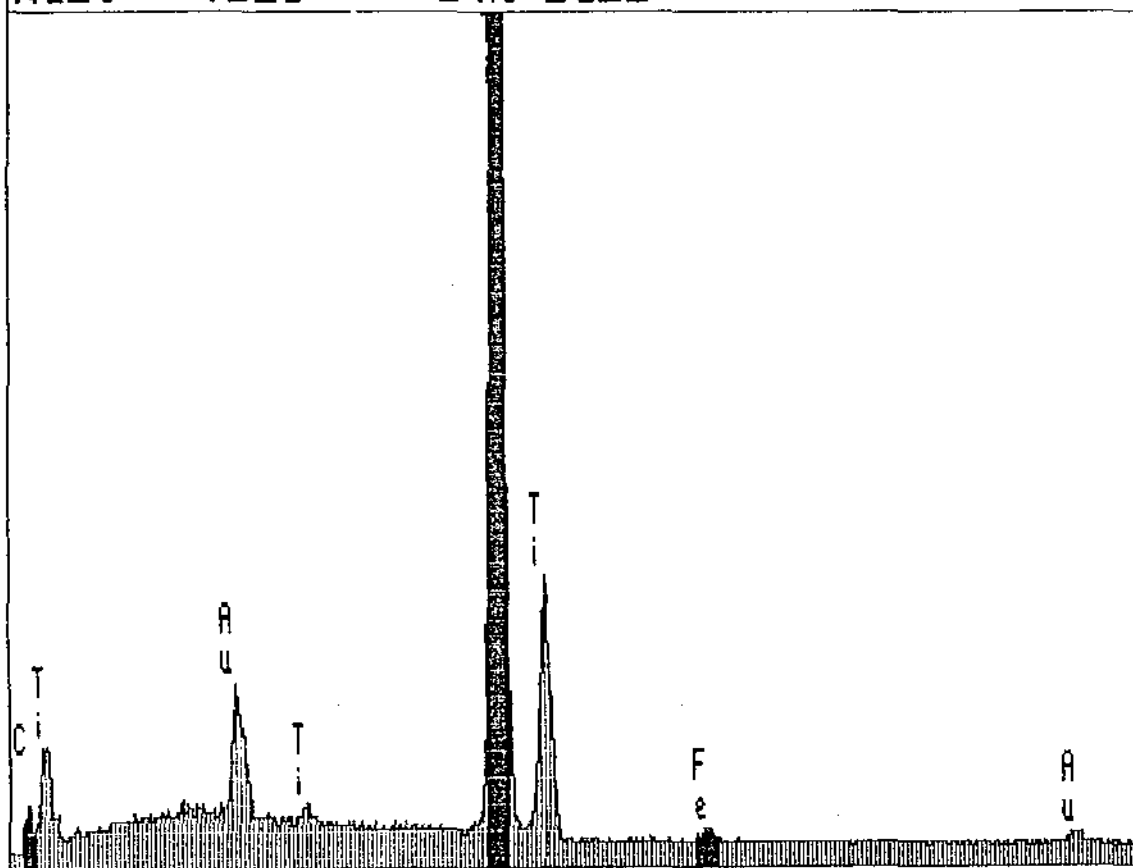
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	719	33	1.00	.18
KiKa	4.44	4.56	7	52635	18223	1.00	99.00
Ka	6.32	6.46	8	703	151	1.00	.82

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 152s 34% Dead



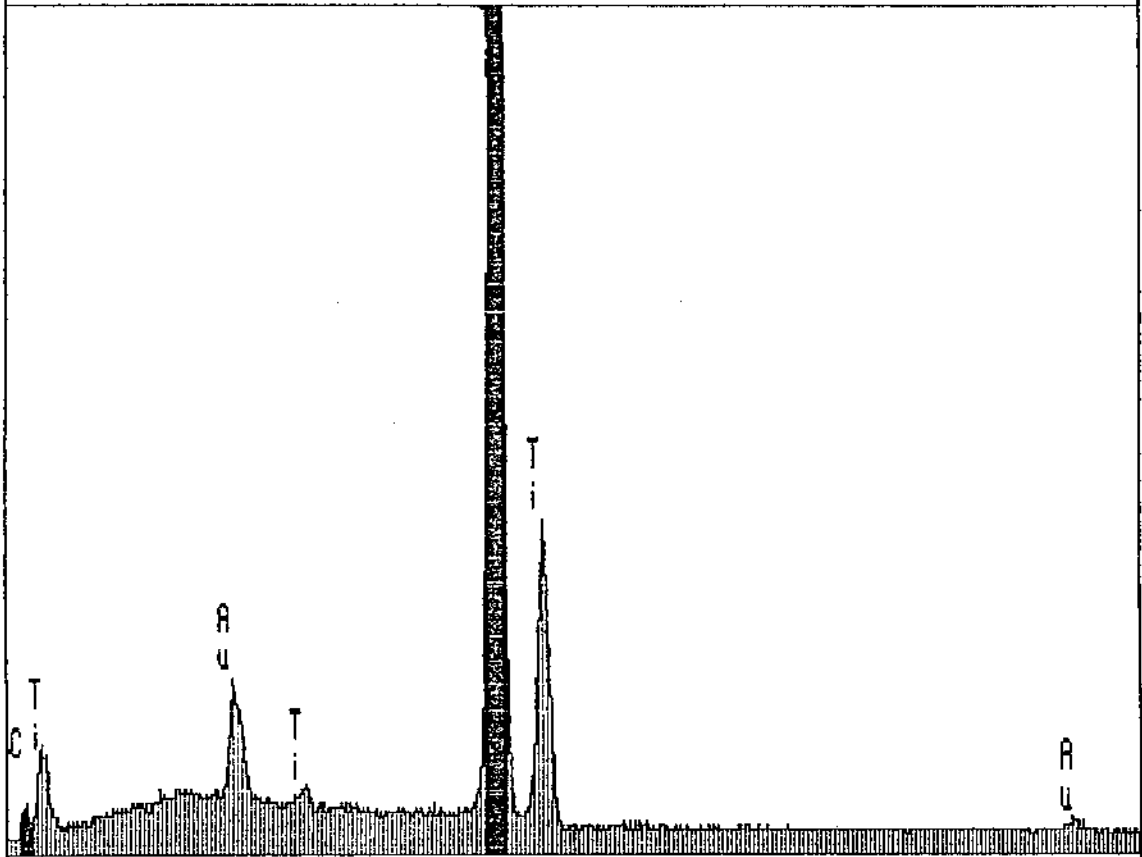
< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 100 ch 270= 50 cts
MEM1: MET 000007 . 1

MEM1: MET 000008 - geral

Live time = 100 s

WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	529	49	1.00	.22
Ka	4.44	4.56	7	61957	22530	1.00	99.78

X-RAY: 0 - 20 keV Super ATW
Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s
Real: 157s 36% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 100 ch 270= 60 cts
MEM1: MET 000008 - geral

MEM1: MET 000009 - geral

Livetime = 100 s

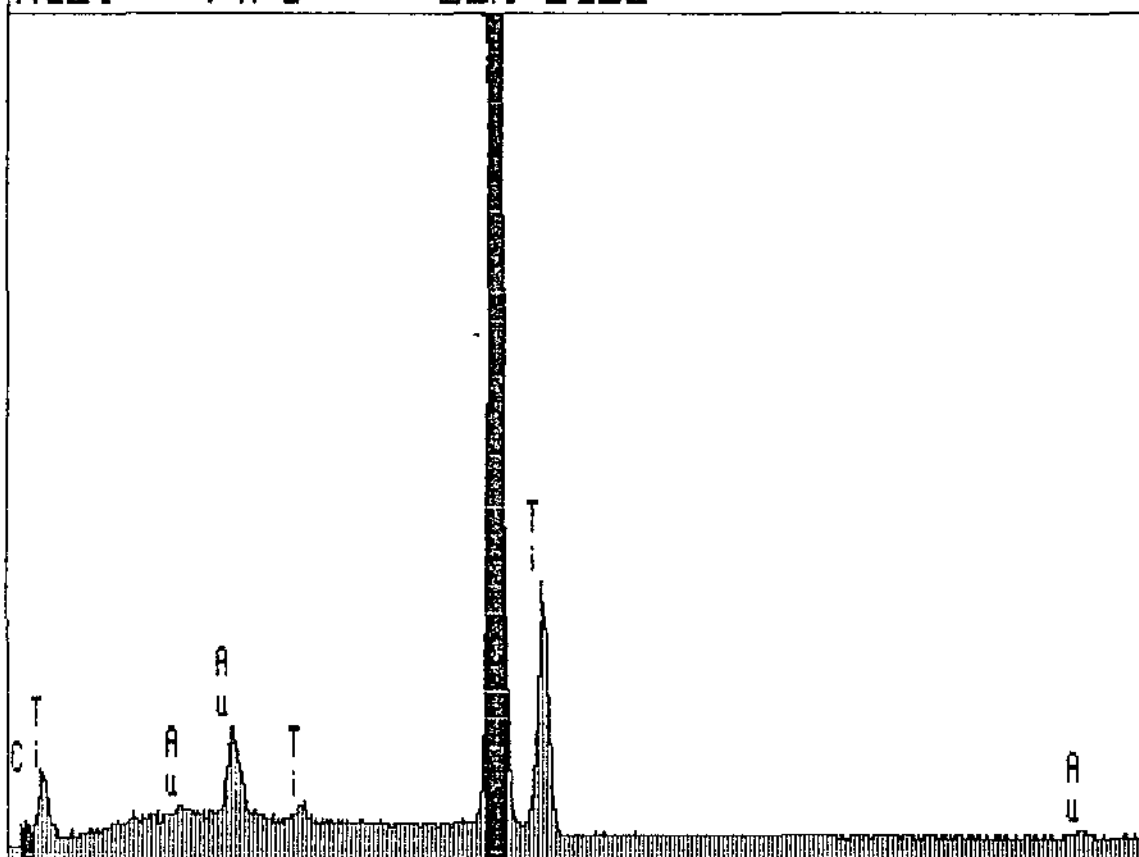
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
C Ka	.24	.30	4	431	31	1.00	.18
TiKa	4.44	4.56	7	49944	17499	1.00	99.82

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 147s 32% Dead



< .1

5.203 keV

10.3 >

FS= 4K OS= 100

ch 270=

59 cts

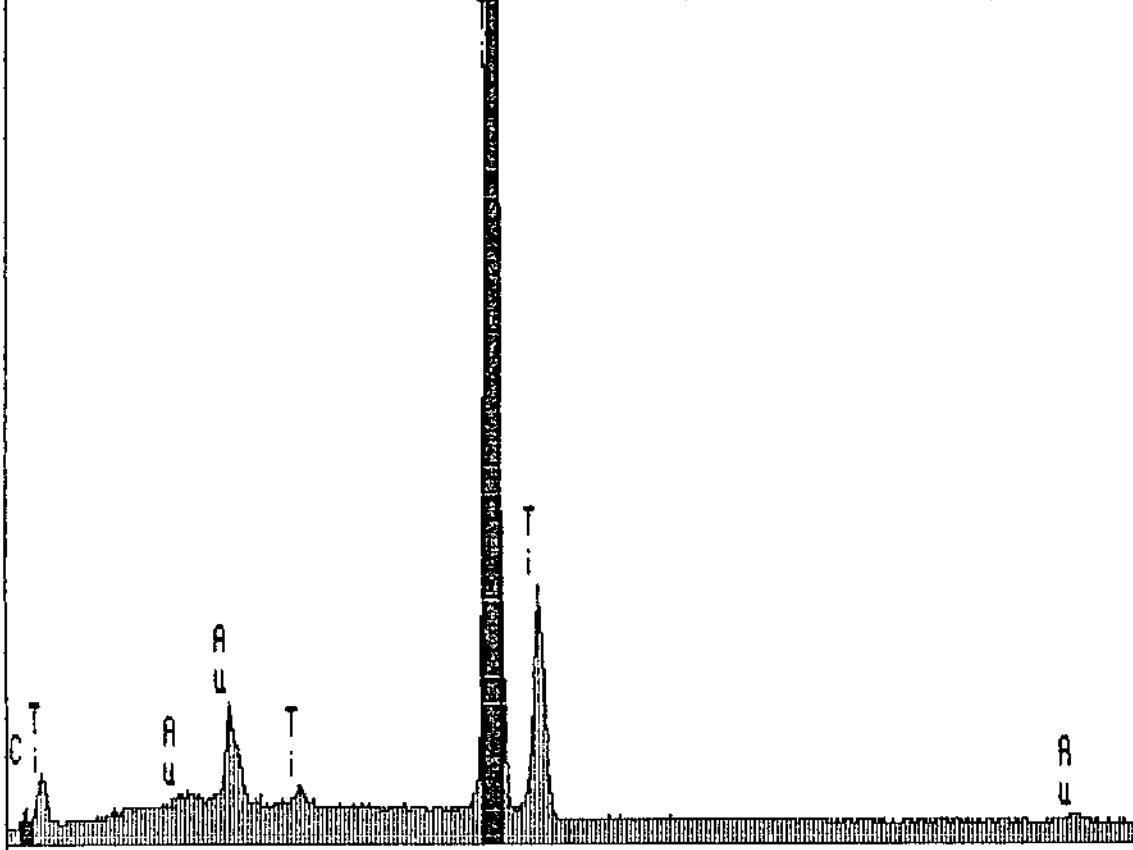
MEM1: MET 000009 - geral

MEM1: MET 000009 . 1

Live time = 100 s

WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	274	14	1.00	.08
Ka	4.44	4.56	7	47706	17351	1.00	99.92

X-RAY: 0 - 20 keV Super ATW
Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s
Real: 145s 31% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 100 ch 270= 39 cts
MEM1: MET 000009 . 1

EM1: MET 0000010 - geral

ivetime = 100 s

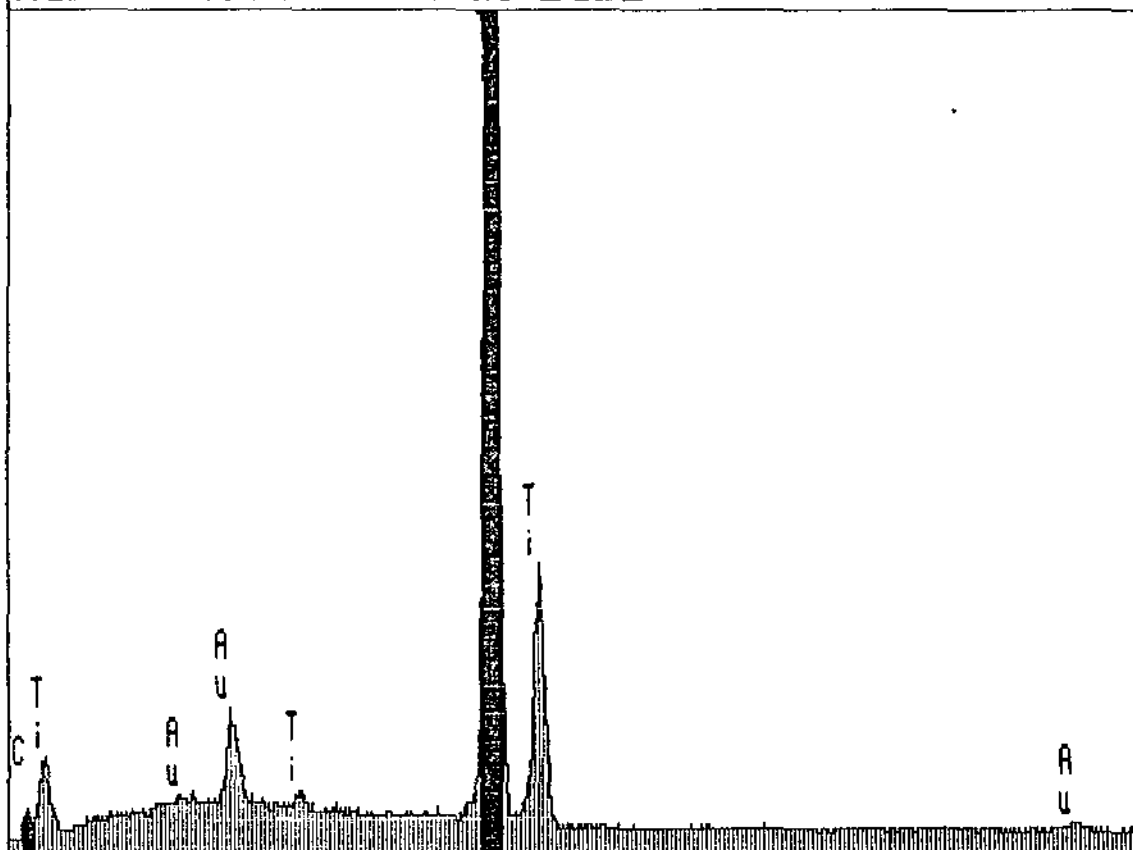
WINDOW LABEL	START keV	END keV	WIDTH CHANS	GROSS INTEGRAL	NET INTEGRAL	EFF. FACTOR	%AGE TOTAL
Ka	.24	.30	4	467	19	1.00	.10
Ka	4.44	4.56	7	54866	19236	1.00	99.90

X-RAY: 0 - 20 keV

Super ATW

Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s

Real: 152s 34% Dead



< .1 5.203 keV 10.3 >
FS= 4K OS= 100 ch 270= 63 cts
MEM1: MET 0000010 - geral