

Copyright 2012, ABRACO

Trabalho apresentado durante o INTERCORR 2012, em Salvador/BA no mês de maio de 2012.

As informações e opiniões contidas neste trabalho são de exclusiva responsabilidade do(s) autor(es).

Estudo da interface osso/implante em Ti6Al4V e ISO 5832-9 após tratamento eletroquímico

Tatiana C. da Costa^a, Letícia A. Taminato^b, Munif Hatem^c,
Jayme Bordini^d, Haroldo de A. Ponte^e, Anna R. S. Gomes^f, Cláudia E.B. Marino^g

Abstract

Many studies have investigated the effects of treated biomaterial surfaces in order to improve the osseointegration process. Thus, the purpose of this study was to provide a simple electrochemical treatment in a Ti-6Al-4V alloy and stainless steel ISO 5832-9 to improve the surface's properties to develop a better bone/implant's interface. In this study, potentiodynamic oxides were grown in potentials E_f from 5,0 V to titanium alloy and 1,0V to stainless steel ISO 5832-9, in PBS. After anodic oxidation, the samples were submitted to immersion in a biomimetic solution, simulating body fluid (SBF), give to hidroxyapatite (HA). The tests were performed introducing the samples in the tibia of rats by surgical intervention. The rats were divided into 3 groups: control, anodizing, anodizing/HA. After 6 weeks, tibia were removed and analyzed by scanning electron microscopy (SEM) for qualitative analyses and semi quantitative interfaces. The best bone/implant's interface was found in samples of Ti/Oxide and Ti/Oxide/HA of potentiodynamic, with biomimetic coating. These methods are simple and easy to control the parameters, and the data suggest a better efficiency in the osseointegration process.

Keywords: biomaterials, bone/implant interface, anodization.

Resumo

Diversos estudos vêm sendo apresentados com relação a tratamentos superficiais para melhora do processo de osseointegração. Deste modo, o presente estudo tem como objetivo principal realizar um tratamento eletroquímico simples em uma liga de Ti6Al4V e Aço Inoxidável ISO 5832-9 a fim de melhorar as propriedades de superfície e, finalmente, uma melhor interação osso/implante. Neste trabalho, os óxidos foram crescidos potenciodynamicamente, onde os potenciais finais eram iguais a 5,0 V para a liga de titânio e 1,0 V, para o Aço Inoxidável ISO 5832-9, em solução de PBS. Após o processo de anodização, um grupo de amostras foi submetido ao teste biomimético em solução que simula os fluidos corpóreos (SBF), a fim de se obter hidroxiapatita (HA). Os testes *in vivo* foram realizados em ratos por meio de intervenção cirúrgica onde foram divididos em grupos:

^a Mestranda - UFPR, Fisioterapeuta do Hospital Regional da Lapa – PR

^b Graduanda de Química- UFPR

^c Cirurgião Ortopedista – Hospital de Clínicas - UFPR

^d Dr. Professor, Odontologia – UFPR; ^e Dr. Professor, Eng. Química – UFPR; ^f Dra Professora co-orientadora, Fisioterapia- UFPR, ^g Dra. Professora Orientadora, Eng. Mecânica – UFPR.

controle, anodização e anodização/HA. Após 6 semanas, as tíbias foram retiradas e analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para análise quali e semi-quantitativa das interfaces. Os melhores resultados foram obtidos nas amostras de Ti\Óxido e Ti\Óxido\HA, via potenciodinâmica, juntamente com recobrimento biomimético, métodos simples e de fácil controle dos parâmetros, sugerindo uma melhor eficiência no processo de osseointegração.

Palavras-chave: biomateriais, interface osso-implante, anodização.

Introdução

Muitos estudos têm sido apresentados sobre a viabilidade de materiais compatíveis ao corpo humano e que acelerem o processo de recuperação dos tecidos, especialmente no processo de consolidação óssea (1,2,3). Os materiais mais utilizados para este fim são as ligas metálicas. Deste modo, o titânio e suas ligas e alguns aços inoxidáveis são os mais usuais na área da saúde, por serem biocompatíveis e, no caso do aço, também possuir menor custo (4). O titânio e algumas ligas aparecem com melhor desempenho em substituições ortopédicas por terem excelentes propriedades, tais como: alta razão resistência mecânica/massa específica, formação espontânea de um óxido em sua superfície e alta biocompatibilidade, diminuindo assim, o processo inflamatório ocasional (5). Já o aço inoxidável ISO 5832-9 é muito utilizado e aceito em aplicações médicas, por ter em sua composição química, o cromo e o níquel, além de outros elementos como o nitrogênio, que melhoram a propriedade mecânica do material e a processos corrosivos, principalmente por pite (6). Para avaliar as propriedades desses biomateriais são utilizadas técnicas de tratamento superficial a fim de melhorar a resposta fisiológica ao implante, ou seja, a osseointegração. Neste estudo foram empregados os métodos de anodização eletroquímica com conseqüente crescimento de óxidos nos substratos metálicos e o teste biomimético para crescimento de hidroxiapatita (HA). Essas técnicas foram escolhidas por serem simples e de fácil controle de seus parâmetros, tais como: tempo e potencial. Por fim, o objetivo principal deste trabalho foi realizar um tratamento eletroquímico em uma liga de Ti6Al4V e do Aço Inoxidável ISO 5832-9, a fim de melhorar as propriedades de superfície e, então, avaliar a interação osso/implante.

Metodologia

Neste trabalho foram utilizados a liga metálica Ti6Al4V procedente da empresa Realum Ind. e Com. de Metais Puros e Ligas Ltda e o aço inoxidável com especificação própria regida pela norma ASTM F-138 - ISO 5832-9 e fornecida pela empresa Sandinox Biomateriais Ltda. Foram realizados ensaios de voltametria cíclica, varredura linear de potenciais, a fim de, caracterizar eletroquimicamente o material. Já a microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi empregada para análise qualitativa das superfícies. Filmes de óxido foram crescidos potenciodinamicamente sobre a liga Ti6Al4V entre os potenciais de -1,0 V até 5,0 V e para o aço inoxidável ISO 5832-9 de -1,0 V até 1,0 V, em solução de PBS (*phosphate buffered saline*: NaCl 8,77 g L⁻¹; Na₂HPO₄ 3,58 g L⁻¹;KH₂PO₄ 1,36 g L⁻¹; pH 6,9), na velocidade de varredura de 50 mV/s para a liga e 10 mV/s para o aço, a temperatura ambiente. A preparação das superfícies dos corpos de prova foi realizada com lixa de granulação até 1200. A célula utilizada foi a convencional de três eletrodos, onde o eletrodo de referência era o de calomelano saturado (ECS) e o contra-eletrodo (CE) era um fio de platina. Todos os ensaios eletroquímicos foram realizados em um Potenciostato/Galvanostato da marca Microquímica

(MQPG – 01 model). Após, a caracterização eletroquímica, foram confeccionados fios da liga Ti6Al4V e do aço inoxidável ISO 5832-9, com 1,2 mm de diâmetro e 4 mm de comprimento, determinados para permitir a inserção em tíbias de ratos. Os fios foram submetidos a tratamento eletroquímico e alguns foram imersos em SBF (reagentes *simulated body fluid*), por 10 dias (7), solução esta que simula os fluidos corpóreos para obtenção de hidroxiapatita (HA), com o intuito de comparar as interações óxido/osso e óxido/HA/osso. O estudo *in vivo* foi aprovado pela Comissão de Ética no Uso de Animais (CEUA) da Universidade Federal do Paraná, número 526, tendo como referencial as normas do Colégio Brasileiro de Experimentação e segundo a Lei Federal nº 6638/1979 sobre pesquisas em animais. Para este estudo foram utilizados ratos da linhagem *Wistar*, divididos em seis grupos: 2 grupos controle (Ti-6Al-4V e ISO 5832-9), 2 grupos com tratamento anódico (Ti6Al4V e ISO 5832-9) e 2 grupos com tratamento anódico + recobrimento de hidroxiapatita (Ti6Al4V e ISO 5832-9). Os animais foram submetidos a intervenção cirúrgica onde foram implantados os fios dos dois materiais. Após o período de 6 semanas, os animais foram submetidos à ortotanásia e logo após as tíbias foram dissecadas e colocadas em uma solução de formol a 10% e mantidas por 24 horas. Após imersão em formol a 10% por 24 horas as tíbias foram lavadas e secas. Depois da secagem das amostras, estas foram submetidas a desgaste ósseo para posterior análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Resultados e discussão

Os resultados obtidos através das análises de caracterização eletroquímica dos biomateriais estudados – a Liga de Ti6Al4V e do aço inoxidável ISO 5832-9 – mostram seus comportamentos eletroquímicos e a estabilidade de seus óxidos. Já no teste *in vivo*, foi analisada, através de MEV, a interface do tecido ósseo no contato entre o osso e o implante. Através da análise do perfil eletroquímico da liga de titânio pode-se observar o comportamento típico dos metais válvula (Ti, Nb, Ta, Zr, Hf, Al), onde há o crescimento do óxido de titânio (basicamente TiO_2) em, aproximadamente, -0,55 V, demonstrando sua estabilidade e a ausência do processo de redução, como evidenciado na varredura no sentido catódico (Figura 1).

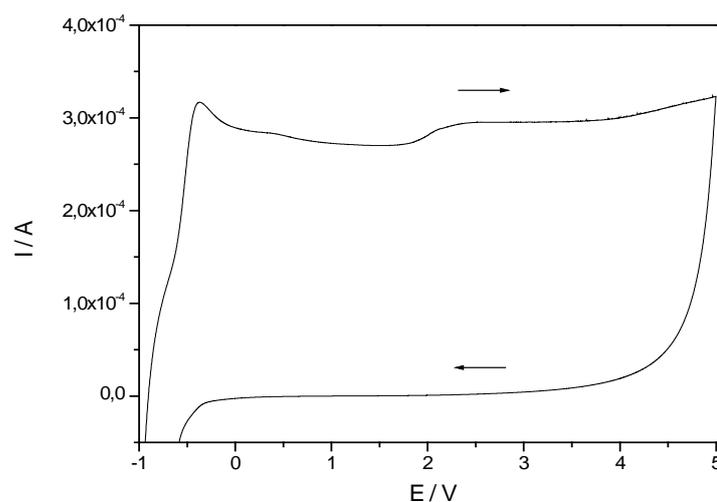


Figura 1- Intervalo de potencial e velocidade de varredura da Liga Ti6Al4V, em solução de PBS. Já no perfil do aço inoxidável (1,0 V) até o potencial de E_i (-provavelmente

Cr_2O_3 e Fe_2O_3 , mantém-se estável na superfície, mas há despreendimento de hidrogênio, evidenciado pelo pico na região catódica (Figura 2).

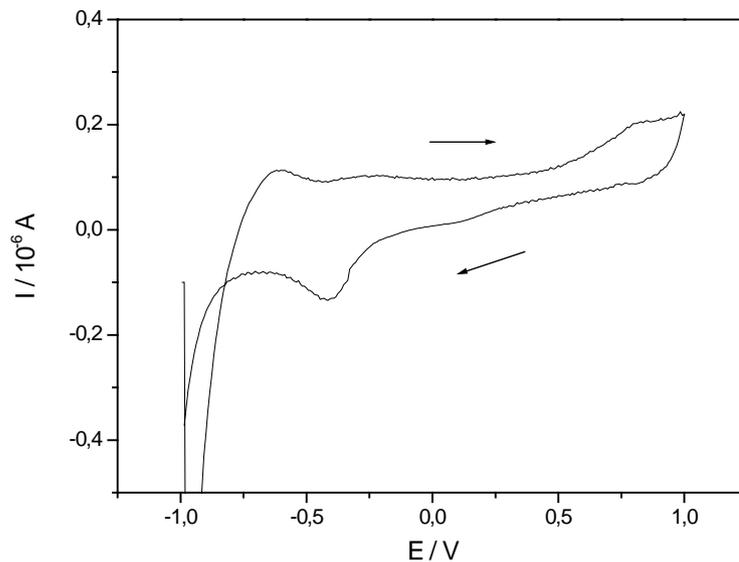


Figura 2 – Intervalo de potencial e velocidade de varredura do Aço ISO 5832-9, em solução de PBS.

O crescimento dos óxidos sobre as amostras de Ti6Al4V e ISO 5832-9 foram realizados através de voltametria linear de potenciais e as superfícies caracterizadas através de MEV. Observa-se que o filme de óxido (TiO_2) crescido a 5,0 V sob o substrato da liga de titânio é mais espesso (~12,5 nm) e sua distribuição mais uniforme (8) quando comparado ao óxido do aço (Figura 3). O aço ISO 5832-9 apresenta-se com um óxido menos espesso, ou seja em torno de 3 nm (9), sua distribuição é homogênea sobre a superfície, mas ainda evidencia-se os sulcos da lixa (Figura 3 - B)

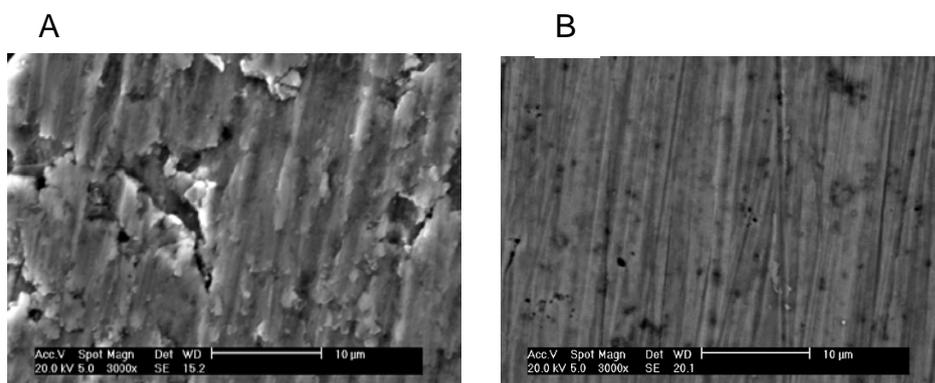


Figura 3 – (A) Liga de Ti6Al4V; (B) Aço Inoxidável ISO 5832-9, ambos recobertos com películas de óxidos.

Os resultados obtidos após as 6 semanas da intervenção cirúrgica foram analisados através de MEV. As imagens sugerem deposição mais uniforme da matriz óssea ao redor dos implantes,

principalmente na liga de titânio, submetidas ao tratamento por anodização ou anodização/HA (Figuras 4 - A e C).

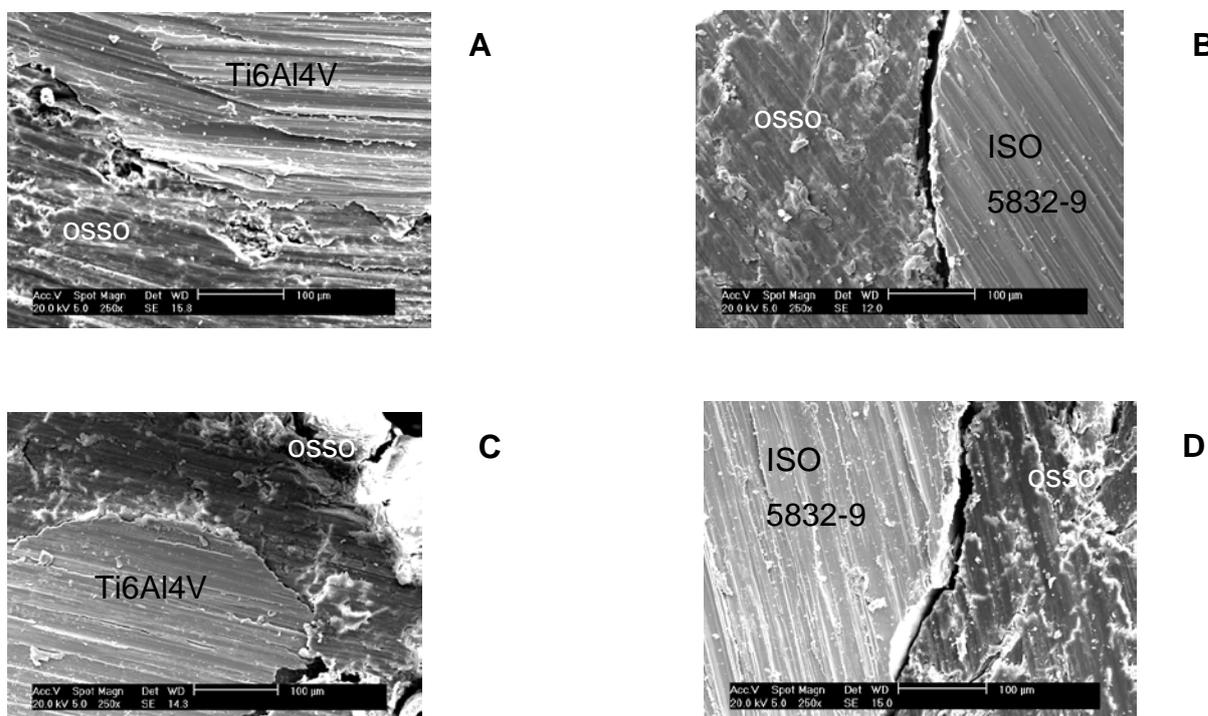


Figura 4 – Interfaces osso/implante dos biomateriais Ti6Al4V e ISO 5832-9. (A) Liga de titânio /anodizada, (B) aço inoxidável /anodizado; (C) Liga de titânio / anodizada /HA; (D) Aço inoxidável /anodizado/HA.

Deste modo, o processo de osseointegração mais eficiente foi observado tanto pelas imagens quanto pelas distâncias osso/implante, ou seja, 9,2 µm para a interface Aço ISO 5832-9/óxido/osso, 7,1 µm para Aço ISO 5832-9/óxido/osso/HA e 0,0 para a interface tanto de Ti6Al4V/óxido quanto para Ti6Al4V/óxido /HA/osso. Assim, a liga Ti6Al4V mostrou-se melhor no processo de osseointegração *in vivo*.

Conclusões

Os óxidos protetores, na liga de titânio Ti6Al4V e no aço inoxidável ISO 5832-9, crescidos via potenciodinâmica, em solução de PBS, mantiveram-se estáveis nas superfícies das amostras. A caracterização dessas superfícies permitiram a identificação desses óxidos, evidenciando melhor distribuição do provável (TiO₂) dióxido de titânio na superfície. Já nos testes *in vivo* e segundo o conceito de Branemark (1987), onde a osseointegração consiste no contato direto entre o tecido ósseo e o implante, ou seja, na maior ancoragem osso/implante o nosso estudo obteve resultados mais favoráveis nas amostras liga de titânio (Ti6Al4V) submetidas ao tratamento anodização e/ou hidroxiapatita. Em síntese, um processo de anodização, rápido e de fácil controle de parâmetros, é possível obter um tratamento superficial eficiente tanto *in vitro* quanto *in vivo*.

Referências bibliográficas

- (1) GRANATO R., MARIN C., GIL J.N., SUZUKI M., COELHO P. G. Tendências Atuais Para Aprimorar O Processo De Osseointegração. **Innovations Implant Journal - Biomaterials And Esthetics**. v. 3, n. 5, p. 20-26, Aug. 2008.
- (2) ZHAO X., YANG L., ZUO Y ,XIONG J. Hydroxyapatite Coatings on Titanium Prepared by Electrodeposition in a Modified Simulated Body Fluid. **Chinese Journal of Chemical Engineering**. v. 17, n. 4, p. 667- 671, Maio, 2009.
- (3) LEE B-H., LEE C., KIM D-G., CHOI K., LEE K.H., KIM Y.D. Effect of surface structure on biomechanical properties and osseointegration. **Materials Science and Engineering C**. v. 28, P. 1448–1461, 2008.
- (4) VILLAMIL R. V. F. *et al.* Estudo comparativo dos aços inoxidáveis ISO 5832-9 e F138 em meio de NaCl 0,11 mol L⁻¹ por impedância eletroquímica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CORROSÃO (ABRACO), 23.Florianópolis, SC: 09 a 12 de setembro de 2003.
- (5) FRANCO R.L., CHIESA R., OLIVEIRA P. T., BELOTI M. M., ROSA A. L. Bone Response to a Ca- and P-Enriched Titanium Surface Obtained by Anodization. **Braz Dent J** v. 19, n. 1, p. 15-20, 2008.
- (6) GIORDANI E. J., FERREIRA I., BALANCIN O. Propriedades mecânicas e de corrosão de dois aços inoxidáveis austeníticos utilizados na fabricação de implantes ortopédicos. **R. Esc. Minas**, Ouro Preto, v. 60, n. 1, p. 55-62, Mar. 2007.
- (7) GUGELMIN B. S. **Estudo Da Estabilidade De Filmes De Óxido De Titânio E Da Hidroxiapatita Por Meio De Técnicas Eletroquímicas**. 151 p. (Mestrado Em Engenharia) Universidade Federal Do Parana, Curitiba, 2009.
- (8) MARINO, C.E.B.; OLIVEIRA, E.M.; ROCHA-FILHO, R.C. BIAGGIO. On the stabilityof thin-anodic-oxide films of titanium in acid phosphoric media. **Corr.Sci.**, v. 43, n. 8, p 1465,2001.

