



## Caracterização estrutural e mecânica de superfícies bioativas produzidas por plasma e do tipo SLA em ligas de titânio para implantes dentários

**Palavras-Chave:** Implante Dentário, Titânio, Propriedade De Superfície, Propriedades Mecânicas.

**Autores(as):**

**JÚLIA MARIA TEIXEIRA TEODORO, FOP – UNICAMP**

**RAPHAEL CAVALCANTE COSTA, FOP – UNICAMP**

**BRUNA EGUMI NAGAY, FOP – UNICAMP**

**CAROLINE DINI, FOP – UNICAMP**

**MARIA HELENA ROSSY BORGES, FOP – UNICAMP**

**JOÃO GABRIEL SILVA SOUZA - UNG**

**Prof. Dr. VALENTIM ADELINO RICARDO BARÃO (orientador), FOP – UNICAMP**

### 1. INTRODUÇÃO

O titânio comercialmente puro (Ticp) e suas ligas são os materiais de primeira escolha para fabricação de implantes dentários devido suas adequadas propriedades de biocompatibilidade, osseointegração, estabilidade química e eletroquímica (Junior *et al.*, 2023; Marchezinia *et al.*, 2021). Atualmente, a liga Ti6Al4V é amplamente utilizada na fabricação de implantes dentários por possuir maior resistência mecânica (Cordeiro *et al.*, 2017).

Tratamentos de superfícies são utilizados para aprimorar as características da liga Ti6Al4V, melhorando suas propriedades mecânicas, biológicas e químicas (Costa *et al.*, 2020). Alguns desses tratamentos já são comercializados por melhorar a resposta biológica do material, como por exemplo o SLA® (Straumann), que consiste no jateamento de óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) e duplo ataque ácido. A tecnologia com Plasma Eletrolítico de Oxidação (PEO) é outro método muito estudado por aprimorar o comportamento eletroquímico e as respostas biológicas (Borges *et al.*, 2022). Em geral, o PEO

consiste na exposição da amostra a micro-descargas de alta tensão geradas em soluções eletrolíticas, ocasionando na deposição dos elementos presentes na solução eletrolítica na superfície do material (Costa *et al.*, 2020).

Apesar da diversidade de estudos prévios comparando as ligas cpTi e Ti6Al4V (Otria *et al.*, 2018; Koizumi *et al.*, 2019), não há clareza dos efeitos dos diferentes tratamentos de superfícies sobre as características estruturais, mecânicas e superficiais nessas ligas. Ademais, estudos comparativos da superfície SLA e PEO contendo Ca e P sobre o Ticp e Ti-6Al-4V são ausentes na literatura. Assim, esse estudo propôs investigar os efeitos das modificações de superfície com jateamento de areia e duplo ataque ácido (tratamento tipo SLA) e superfícies bioativas tratadas com plasma (tratamento PEO - CaP) no Ticp e na liga Ti6Al4V com foco na microestrutura propriedades mecânicas.



## 2. METODOLOGIAS

### 2.1. Preparo das amostras

Discos (10 mm x 1 mm) e barras (20 mm x 3 mm x 3 mm) Ti6Al4V foram incluídas com resina acrílica e polidas sequencialmente com lixas metalográficas com granulações #320, #400 e #600 (Carbimet 2; Buehler, Lake Bluff, USA) em uma politriz automática (EcoMet 300 Pro with AutoMet 250; Buehler) sob irrigação e velocidade constantes para padronização das amostras. Os grupos controles (cpTi e Ti6Al4V) foram caracterizados apenas por esse polimento. Após a finalização do polimento da primeira face, as provas foram desincluídas e incluídas novamente para a padronização da outra face.

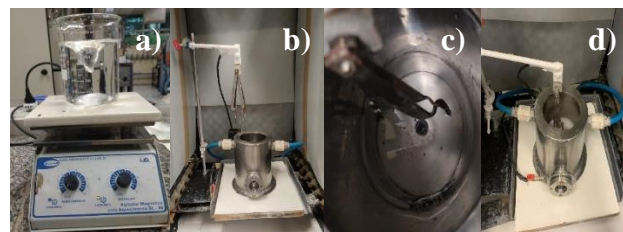
Posteriormente, as amostras foram desincluídas e foi realizada a limpeza ultrassônica em 3 ciclos de 10 minutos, sendo o primeiro com detergente enzimático (DET LIMP S32, Sinergia Científica) e água deionizada, o segundo com água deionizada e o terceiro com propanol 70% (v/v). Por fim, as amostras foram secas com jatos de ar quente a 250°C (Barão *et al.*, 2012). O resumo das etapas para polimento e limpeza das amostras estão representados na Figura 1.



**Figura 1-** Preparo das amostras. (a) posicionamento dos discos em um porta discos; (b) e (c) inclusão das amostras em resina acrílica; (d) polimento em uma politriz automática; (e) desinclusão; (f) e (g) lavagem e secagem dos espécimes, respectivamente. **Fonte:** Arquivo da bolsista e do grupo de pesquisa

### 2.2. Deposição do Plasma Eletrolítico de Oxidação (PEO - CaP)

A deposição do PEO (Figura 2) foi realizada nos grupos experimentais correspondentes por meio de uma fonte de alimentação de corrente contínua (Plasma Technology Ltda.). Para o preparo da solução eletrolítica, foi diluído em 500 mL de água destilada 26,42 g de acetato de cálcio ( $C_4H_6CaO_4$ ) e 2,16 g de glicerofosfato de sódio ( $C_3H_7Na_2O_6P$ ). Com a solução preparada, 2 amostras por vez foram tratadas, em um ciclo de 10 minutos, sob tensão DC de até 1000 V e corrente máxima de 1,5 A, seguindo os parâmetros: 250 V, 60% (+), 20% (-) e 250 Hz (Marques *et al.*, 2015). Após isso, os espécimes foram lavados com água destilada e secos ao ar.



**Figura 2.** Deposição do Plasma Eletrolítico de Oxidação. (a) Preparo da solução eletrolítica; (b) cuba eletrolítica e (c) posicionamento dos discos na pinça e da solução na cuba eletrolítica e imersão das amostras, respectivamente. **Fonte:**Arquivo da bolsista e do grupo de pesquisa

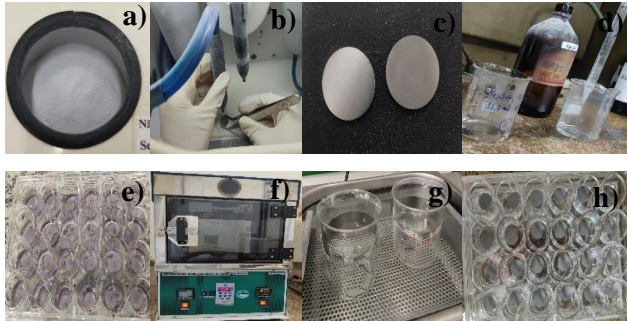
### 2.3. Síntese da superfície tipo SLA

As amostras foram submetidas ao jateamento de partículas de óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ), seguido de duplo ataque ácido ( $HCl/H_2SO_4$ ), conforme protocolo previamente publicado do nosso grupo (Costa *et al.*, 2020). O jateamento foi realizado a uma distância de 50 mm da superfície do espécime por 30 segundos em uma das faces dos discos e em todas as faces das barras.

A solução ácida foi preparada em uma capela de exaustão com 4,87 mL de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) e 8,81 mL de ácido clorídrico ( $HCl$ ). Os discos foram colocados em placas de 24 poços e imersos em 1 mL de solução durante 1 hora em uma estufa agitadora a 60°C. Em seguida, as amostras



tratadas foram limpas em cuba ultrassônica com água destilada em 2 ciclos de 10 minutos para a remoção dos resíduos do ácido e secas em temperatura ambiente (Marchezinia *et al.*, 2022) (Figura 3).



**Figura 3.** Tratamento de superfície do tipo SLA. (a) preenchimento do compartimento do equipamento com  $Al_2O_3$ ; (b) jateamento sobre a amostra; (c) diferença entre o disco maquinado e o disco após o jateamento; (d) preparo da solução ácida; (e) imersão dos discos na solução ácida; (f) repouso em estufa agitadora; (g) e (h) lavagem e secagem em temperatura ambiente, respectivamente. **Fonte:** Arquivo da bolsista e do grupo de pesquisa

## 2.5. Caracterizações de superfície

**Microscopia eletrônica de varredura (MEV):** O MEV (JEOL JSM-6010LA) foi realizado no laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura da FOP/UNICAMP, sendo utilizado para caracterizar a morfologia das superfícies das amostras.

**Microscopia Confocal de Varredura a Laser 3D (LSCM):** o microscópio confocal de varredura a laser 3D (LSCM, Keyence model VK-X200 series) foi utilizado para caracterização da topografia da superfície por meio da obtenção de imagens bidimensionais e tridimensionais ( $50\times$  e  $150\times$ ) (Borges *et al.*, 2022).

## 2.5. Testes mecânicos

**Microdureza Vickers:** foi mensurada por meio de um indentador (Shimadzu, HMV-2 Micro Hardness

Tester, Shimadzu Corporation) com uma carga aplicada de 0,5 kgf por 15 s (Cordeiro *et al.*, 2017). O teste foi realizado em quatro pontos distribuídos aleatoriamente em cada disco.

**Resistência flexural e módulo de elasticidade:** foram realizados em uma máquina para ensaios universais (Instron Corporation, High Wycombe, Reino Unido), sendo submetidos ao ensaio de cisalhamento com célula de carga de 500 kgf a uma velocidade de 1,0 mm/min (Costa *et al.*, 2020).

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 3.1. Microestrutura

Os espécimes do grupo controle de ambas as ligas apresentaram ranhuras longitudinais e superfícies homogêneas devido ao polimento, enquanto as superfícies do tipo SLA apresentaram depressões, arestas vivas e micro “pites” ocasionados pelo ataque ácido, sendo essas características mais evidente no grupo Ticp.

O tratamento de superfície com PEO caracterizou-se pela formação de microporos interligados por um filme contínuo, tendo uma maior concentração de picos (tons de alaranjado a vermelho) e vales (tons de verde a azul) no cpTi quando comparado com Ti-6Al-4V.

A maior evidência das camadas formadas pelos tratamentos de superfície SLA e PEO sobre a liga cpTi pode estar relacionada a uma menor resistência dela ao ataque ácido e as microdescargas ocasionadas durante a formação da camada anódica, respectivamente. As imagens estão representadas na Figura 4.



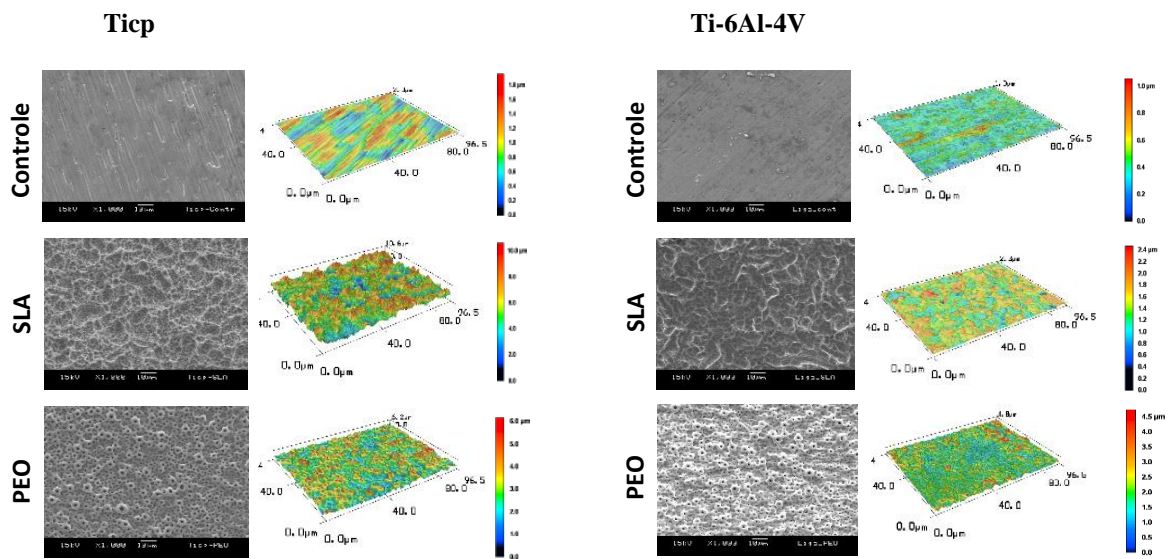


Figura 4. Caracterização topográfica das superfícies. Imagens MEV (lado esquerdo) e CLSM (lado direito) das ligas cpTi e Ti-6Al-4V ( $n = 2$ ).

### 3.2. Propriedades mecânicas

No geral, o Ti6Al4V apresentou maiores valores de microdureza em comparação com o cpTi ( $p < 0,05$ ), fator que pode estar relacionado a microestrutura mais complexa da liga (Cordeiro *et al.*, 2017). Além disso, as superfícies tratadas com PEO apresentaram melhores valores estatisticamente significativos ( $p < 0,05$ ) em comparação com o tratamento via SLA.

A liga Ti6Al4V obteve menores valores de módulo de elasticidade e de resistência flexural comparado com o cpTi ( $p < 0,05$ ), sendo o grupo cpTi-SLA o que demonstrou um melhor desempenho

em ambos os testes dentre todos ( $p < 0,05$ ). Apesar do cpTi apresentar alterações significativas entre os seus grupos, o Ti6Al4V manteve valores sem grandes modificações.

Esses resultados demonstram a relação da microestrutura do Ti com as propriedades mecânicas, sendo possível observar que microestruturas menos complexas, como o cpTi em comparação com o Ti6Al4V, são mais susceptíveis a alterações ao serem submetidas aos tratamentos de superfície. Ademais, o tratamento via PEO não altera a microestrutura da liga, afetando apenas a superfície (Costa *et al.*, 2020), fator que justifica os valores semelhantes ao grupo controle.

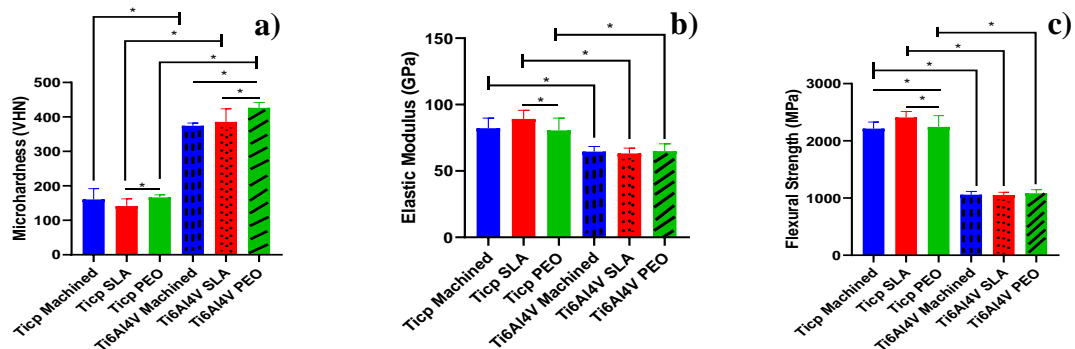


Figura 5. Comportamento mecânico. (a) dureza ( $n = 5$ ), (b) módulo de elasticidade ( $n = 10$ ) e (c) resistência flexural ( $n = 10$ ) das ligas cpTi e Ti-6Al-4V.



#### 4. CONCLUSÃO

O tratamento via PEO modifica estrategicamente as propriedades superficiais e mecânicas da liga Ti6Al4V, sendo uma opção promissora para utilização em implantes dentários.

#### 5. REFERÊNCIAS

Barao, V. A. R. Et al. Stability Of Cp-Ti And Ti-6al-4v Alloy For Dental Implants As A Function Of Saliva Ph - An Electrochemical Study. *Clinical Oral Implants Research*, V. 23, N. 9, P. 1055–1062, Set. 2012

Barão, V. A. R. *Et al.* Emerging Titanium Surface Modifications: The War Against Polymicrobial Infections On Dental Implants. *Scielo*, [S. L.], 33 (10). Jan 2022

Borges, M. H. R. *Et Al.* A Tattoo-Inspired Electrosynthesized Polypyrrole Film: Crossing The Line Toward A Highly Adheren Film For Biomedical Implant Applications. *Materials Today Chemistr*, 26. 2022.

Cordeiro, J. M. Et al. Development Of Binary And Ternary Titanium Alloys For Dental Implants. *Dental Materials: Official Publication Of The Academy Of Dental Materials*, V. 33, N. 11, P. 1244–1257, 2017.

Cordeiro, J. M. Et al. Development Of Binary And Ternary Titanium Alloys For Dental Implants. *Dental*

*Materials: Official Publication Of The Academy Of Dental Materials*, V. 33, N. 11, P. 1244–1257, 2017.

Costa, R. C. Et al. Synthesis Of Bioactive Glass-Based Coating By Plasma Electrolytic Oxidation: Untangling A New Deposition Pathway Toward Titanium Implant Surfaces. *Journal Of Colloid And Interface Science*, V. 579, P. 680–698, 1 Nov. 2020b.

JUNIOR, C *Et Al.* Development Of Titanium Surfaces Oxidized By Electrolytic Plasma, For Biomedical Application. *Materials Research*, [S. L.], V. 25, Ed. 1, 2023.

Koizume, H. *Et al.* Application Of Titanium And Titanium Alloys To Fixed Dental Prostheses. *Journal Of Prosthodontic Research*, [S. L.], V. 63, Ed. 3, P. 266-270, July 2019.

Marchezini, E *Et Al.* Comparative Study Of Nanostructured Tio2 And SLA Surface Modifications For Titanium Implants: Surface Morphology And In Vitro Evaluation. *Materials Research*, [S. L.], V. 25, 2022.

Otria, L. *Et al.* Mechanical, Chemical And Biological Aspects Of Titanium And Titanium Alloys In Implant Dentistry. *J Biol Regul Homeost Agents*, [S. L.], V. 32, Ed. 2, P. 81-90, Fev. 2018.