

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE ENGENHARIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA NUCLEAR
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS
E TÉCNICAS NUCLEARES

GABRIEL GUIMARÃES SEVERO

**UTILIZAÇÃO DA FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X POR
DISPERSÃO DE ENERGIA NO ESTUDO DA PUREZA DE
IMPLANTES ODONTOLÓGICOS DE TITÂNIO**

**BELO HORIZONTE
2010**

GABRIEL GUIMARÃES SEVERO

**UTILIZAÇÃO DA FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X POR
DISPERSÃO DE ENERGIA NO ESTUDO DA PUREZA DE
IMPLANTES ODONTOLÓGICOS DE TITÂNIO**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciências e Técnicas Nucleares, do Departamento de Energia Nuclear, da Universidade Federal de Minas Gerais, para obtenção do título de Mestre em Ciências e Técnicas Nucleares.

Área de Concentração: Ciências das Radiações

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Maria Isabel Guimarães Severo

Co-orientador: Prof. Dr. Arno Heeren de Oliveira

BELO HORIZONTE

2010

S498u

Severo, Gabriel Guimarães.

Utilização da fluorescência de raios x por dispersão de energia no estudo da pureza de implantes odontológicos de titânio [manuscrito] / Gabriel Guimarães Severo. - 2010.
xiv, 112 f., enc.: il.

Orientadora: Maria Isabel Guimarães Severo.
Coorientador: Arno Heeren de Oliveira.

Dissertação (mestrado) Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Anexos: f. 106-112.

Bibliografia: f. 98-105.

1. Engenharia nuclear - Teses. 2. Implantes dentários - Teses.
3. Implantes dentários osseointegrados - Teses. 4. Espectroscopia de raio x - Teses. I. Severo, Maria Isabel Guimarães. II. Oliveira, Arno H. de. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. IV. Título.

CDU: 621.039(043)



**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA NUCLEAR
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS E TÉCNICAS
NUCLEARES**

TÍTULO DA 349ª DISSERTAÇÃO

**“UTILIZAÇÃO DA FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO DE
ENERGIA NO ESTUDO DA PUREZA DE IMPLANTES ODONTOLÓGICOS
DE TITÂNIO ”**

ALUNO: GABRIEL GUIMARÃES SEVERO

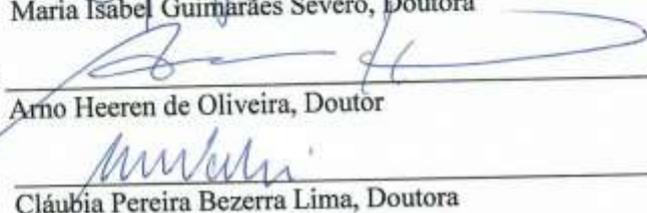
Dissertação defendida e aprovada pela Comissão Examinadora constituída por:

Orientadora:

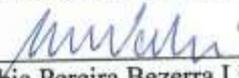


Maria Isabel Guimarães Severo, Doutora

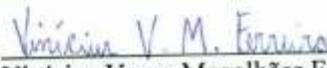
Co-Orientador:



Arno Heeren de Oliveira, Doutor



Cláudia Pereira Bezerra Lima, Doutora



Vinícius Verna Magalhães Ferreira, Doutor

Belo Horizonte, 08 de junho de 2010.

Área de Concentração: CIÊNCIAS DAS RADIAÇÕES

AGRADECIMENTOS

- A Deus, em primeiro plano, por mais esta vitória.
- À minha mãe, pela garra transmitida, incentivo e amor constantes, e ainda por ter brilhantemente participado deste trabalho com seu extenso conhecimento biológico.
- Ao meu pai, pelo amor e excelência no exemplo profissional. Colega, amigo, e muito importante em minha vida.
- Ao Arno, pela paciência em nos transmitir toda física mais “pesada”, tão incomum na nossa área de saúde, mas principalmente, pela humildade em tudo e pela pessoa que é.
- À Ivna, minha futura esposa, por tudo. Pelo companheirismo, serenidade, pela parceria na batalha vencida, onde incentivávamos o outro no dia-a-dia para que não perdêssemos o foco, pela troca de conhecimentos e pelo amor sempre transmitido.
- À minha família restante, irmãs, “irmãos”, madrasta, sogros, demais familiares e amigos pela força e carinho, além da compreensão nos diversos momentos onde era preciso um maior silêncio para que eu estudasse, como no “220”.
- À Julinha, minha filha enteada, por entender nossa ausência por todo tempo que precisamos ficar em Belo Horizonte, mas ela estava lá conosco todo tempo em pensamento, e em grande parte, foi por quem eu e Ivna nos empenhamos.
- Ao Programa de Pós-Graduação em Ciências e Técnicas Nucleares da Universidade Federal de Minas Gerais.
- À Universidade Estadual de Santa Cruz pela participação no meu programa de Pós-graduação.
- Ao Laboratório de Análises do Departamento de Energia Nuclear da Universidade Federal de Pernambuco onde foram realizadas as análises de minhas amostras utilizando a Fluorescência de Raio X e a doutoranda Viviane Khoury na efetivação dessas análises, o meu muito obrigado.
- À FAPESB concedendo a bolsa que me possibilitou desenvolver este trabalho.
- A todos os colegas dentistas que colaboraram com a doação dos implantes analisados ou de alguma forma participaram da concretização dessa dissertação.

RESUMO

As substituições de ossos, articulações e dentes por biomateriais são usualmente feitas em cirurgias para aliviar a dor e recuperar a função do tecido afetado. Boa resistência ao desgaste e à corrosão no meio corpóreo, não apresentar toxicidade e longa permanência no local são algumas das características que um biomaterial deve possuir para ter sucesso nas aplicações como implantes e próteses. Porém, no corpo humano a degeneração óssea, inflamações nas articulações, bem como o desgaste ou corrosão das próteses e implantes, freqüentemente trazem complicações clínicas. No presente trabalho, foi utilizado um sistema de fluorescência de raios X por energia dispersiva, amplamente utilizado em análises quantitativas e qualitativas de diversos materiais, para avaliar os implantes que não sofreram osseointegração, uma vez que é uma técnica de análise não destrutiva. Este sistema consiste de um tubo de raios X da Moxtek e um detector semicondutor SR-100CR da Amptek. Os espectros gerados no processamento de dados das análises dos implantes dentários, de diversos fabricantes, coletados em diferentes cursos e/ou clínicas odontológicas, e que não sofreram osseointegração, mostraram que os pinos possuem grande pureza em Ti (99%) e os poucos elementos encontrados e que poderiam ser considerados “contaminantes” (Ca, Cr, Fe, Ni e W) foram evidenciados a nível de traços (<1%). Estes resultados das análises levam a crer, que a não osseointegração destes implantes, não pode ser atribuída à impureza dos pinos de titânio, principalmente devido à grande evolução tecnológica das empresas nacionais.

Palavras-chave: Implantes Dentários, Impurezas, Osseointegração, Contaminação, Análise por ED-XRF.

ABSTRACT

The replacement of bones, articulations and tooth, for biomaterials are usually done in surgeries to relieve the pain and to recover the function of the affected tissue. High-wear resistance, high corrosion resistance in the human body environment, no toxicity and longevity in place are some the main characteristics that a biomaterial should present to have success in its application on implants and prosthesis. However, the bone degeneration in the human body, inflammations in the articulations, as well as the wear or corrosion of the prostheses and implants, frequently happens and brings clinical complications. In this study, we used a system of X-ray fluorescence energy dispersive, widely used in quantitative and qualitative analysis of various materials, to assess the implants that did not osseointegrated, since it is a technique for nondestructive analysis. This system consists of a Moxtek X-ray tube and an Amptek SR-100CR semiconductor detector. The analysis results of the dental implants, made by various manufacturers, collected from different dental courses and clinics because did not occur osseointegration showed that all implants have high purity Ti (99%) and the few elements found which could be considered contaminants (Ca, Cr, Fe, Ni and W) were found at trace levels (<1%). The results of the analysis lead us to believe that the not osseointegration of these titanium implants can not be attributed to their impurity, but mainly due to the process of big technologic evolution of the national enterprises.

Keywords: Dental Implants, Impurity, Osseointegration, Contamination, Analysis by ED-XRF

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Ilustração de implante instalado	19
Figura 2: Ilustração de Reabilitação com Implante	19
Figura 3: Miniimplantes instalados	20
Figura 4: Histologia da osseointegração do implante	20
Figura 5: Biocompatibilidade de implantes odontológicos	24
Figura 6: Estruturas cristalográficas do titânio	31
Figura 7: Esquema do efeito fotoelétrico	37
Figura 8: Esquema da desexcitação do átomo e produção de Raios X característicos	38
Figura 9: Esquema dos níveis de energia de um átomo	39
Figura 10: Rendimento de fluorescência das camadas K (ω_k), L (ω_L) e M (ω_M) em função do número atômico	40
Figura 11: Representação esquemática do equipamento de fluorescência de Raios X por dispersão por comprimento de onda.	41
Figura 12: Espectro de emissão de Raios X de uma amostra de aço inoxidável, obtido por difração de comprimento de onda.	42
Figura 13: Ângulos (2θ) correspondentes aos elementos Co, Fe e Mn, no qual o detector deve ser posicionado	43
Figura 14: Sistema de fluorescência de Raios X por dispersão de energia	44
Figura 15: Resolução de alguns detectores para os Raios X característicos emitidos pela prata.	45
Figura 16: Esquema da técnica ED-XRF	46
Figura 17: Esquema da refração e reflexão de um feixe de radiação monoenergético em função do ângulo de incidência	50

Figura 18: (a) Esquema da geometria de fluorescência de Raios X por reflexão total	50
(b) Representação de um sistema.	50
Figura 19: Distribuição dos implantes utilizados	51
Figura 20: Dimensões do tubo de Raios X – Moxtek - 40kV Magnum	53
Figura 21: Controle e tubo de Raios X de fabricação MOXTEK	54
Figura 22: Detector XR-100CR, Si-PIN da AMPTEK, amplificador com a fonte de alimentação	54
Figura 23: Imagens do equipamento de ED-XRF	55
Figura 24: Sistema completo de análise – Espectro do Ti	55
Figura 25: Espectros de fluorescência de Raios X das placas metálicas: (a) ferro; (b) cádmio; (c) cobre; (d) chumbo; (e) zinco; (f) estanho	57
Figura 26: Curva de calibração do sistema de ED-XRF (DEN/UFPE)	58
Figura 27: Geometrias de irradiação	
a) Incidência do feixe na Posição 01	58
b) Incidência do feixe na Posição 02	59
Figura 28: Histograma representativo das áreas do Ti - Posição 01	64
Figura 29: Histograma representativo das áreas do Ti - Posição 02	65
Figura 30: Histograma representativo das áreas do Ti - Posição 01 e 02	65
Figura 31: Espectro dos elementos – Amostra 01 (na posição 01 e 02).	67
Figura 32: Espectro dos elementos – Amostra 02 (na posição 01 e 02)	68
Figura 33: Espectro dos elementos – Amostra 03 (na posição 01 e 02)	69
Figura 34: Espectro dos elementos – Amostra 04 (na posição 01 e 02)	70
Figura 35: Espectro dos elementos – Amostra 05 (na posição 01 e 02)	71
Figura 36: Espectro dos elementos – Amostra 06 (na posição 01 e 02)	72
Figura 37: Espectro dos elementos – Amostra 07 (na posição 01 e 02)	73
Figura 38: Espectro dos elementos – Amostra 08 (na posição 01 e 02)	74
Figura 39: Espectro dos elementos – Amostra 09 (na posição 01 e 02)	75

Figura 40: Espectro dos elementos – Amostra 10 (na posição 01 e 02)	76
Figura 41: Espectro dos elementos – Amostra 11 (na posição 01 e 02)	77
Figura 42: Espectro dos elementos – Amostra 12 (na posição 01 e 02)	78
Figura 43: Espectro dos elementos – Amostra 13 (na posição 01 e 02)	79
Figura 44: Espectro dos elementos – Amostra 14 (na posição 01 e 02)	80
Figura 45: Espectro dos elementos – Amostra 15 (na posição 01 e 02)	81
Figura 46: Espectro dos elementos – Amostra 16 (na posição 01 e 02)	82
Figura 47: Espectro dos elementos – Amostra 17 (na posição 01 e 02)	83
Figura 48: Espectro dos elementos – Amostra 18 (na posição 01 e 02)	84
Figura 49: Espectro dos elementos – Amostra 19 (na posição 01 e 02)	85
Figura 50: Espectro dos elementos – Amostra 20 (na posição 01 e 02)	86
Figura 51: Espectro dos elementos – Amostra 21 (na posição 01 e 02)	87
Figura 52: Espectro dos elementos – Amostra 22 (na posição 01 e 02)	88
Figura 53: Espectro dos elementos – Amostra 23 (na posição 01 e 02)	89
Figura 54: Espectro dos elementos – Amostra 24 (na posição 01 e 02)	90
Figura 55: Espectro dos elementos – Amostra 25 (na posição 01 e 02)	91
Figura 56: Espectro dos elementos – Amostra 26 (na posição 01 e 02)	92
Figura 57: Espectro dos elementos – Amostra 27 (na posição 01 e 02)	93
Figura 58: Tratamento estatístico / Scores dos espectros - método ACP	96

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Resultados obtidos nas análises em 2003	17
Tabela 2: Concentrações máximas permitidas para as impurezas em Ti (% peso)	32
Tabela 3: Características de cristais usados nos espectrômetros WD-XRF	42
Tabela 4: Distribuição dos implantes analisados	52
Tabela 5: Elementos e suas relações de energia/canal	57
Tabela 6: Valores médios das áreas e desvio padrão dos picos dos elementos constituintes dos pinos (posição 01, $\Delta t=10\text{min}$)	60
Tabela 7: Valores médios das áreas e desvio padrão dos picos dos elementos constituintes dos pinos (posição 02, $\Delta t=10\text{min}$)	62

LISTA DE ABREVIATURAS

Δt	Variação de Tempo
μA	Micro Angstrom
μm	Micrômetro
$\mu\text{-XRF}$	Fluorescência de Raios X com microfeixe
Å	Angstrom
ABIMO	Associação Brasileira da Indústria Médica, Odontológica e Hospitalar
ACP	Análises de Componentes Principais
Al	Alumínio
Al_2O_3	Óxido de Alumínio
ASTM	Sociedade Americana para Análise e Padronização de Materiais
AXIL	Programa – Analysis of X-Ray spectra by Interactive Least squares fitting
bcc	Forma Cúbica do Titânio
C	Carbono
Ca	Cálcio
$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	Fosfato de Cálcio
Cd	Cádmio
CFO	Conselho Federal de Odontologia
cm	Centímetro
Co	Cobalto
CO_2	Gás Carbônico
Cr	Cromo
Cr-Co-Mo	Cromo-Cobalto-Molibdênio
Cu	Cobre
ED-XRF	Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia
ED-XRF	Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia
eV	Elétron volt

Fe	Ferro
FeO- TiO ₂	Ilmenita
g	Gramas
GPa	Unidade de Módulo de Elasticidade
H	Hidrogênio
HA	Hidroxiapatita
hcp	Titânio Comercialmente Puro Forma Hexagonal
IAEA	Agência Internacional de Energia Atômica
KeV	Quiloeletron volt
kV	Quilo volts
Li	Lítio
mJ/pulso	MiliJoule por Pulso
mm	Milímetros
Mo	Molibdênio
N	Nitrogênio
N.cm	Newtons por centímetro
Nd :YAG	Laser de Alta Potência
Ni	Níquel
nm	Nanômetro
O	Oxigênio
°C	Graus Celcius
Pb	Chumbo
QXAS	Software – Quantitative X-Ray Analyses System
s	Segundos
Si	Silício
Sn	Estanho
Ti	Titânio

Ti cp	Titânio Comercialmente Puro
TiO ₂	Óxido de Titânio / Rutilo
TXRF	Fluorescência de Raios X por Reflexão Total
V	Vanádio
W	Tungstênio
WD-XRF	Fluorescência de Raios X por Dispersão de comprimento de onda
Z	Número Atômico
Zn	Zinco
α	Alfa
β	Beta
γ	Gama
λ	Lambda

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO	iv
ABSTRACT	v
LISTA DE FIGURAS	vi
LISTA DE TABELAS	ix
LISTA DE ABREVIATURAS	x
INTRODUÇÃO	15
CAPÍTULO 1 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	
1.1- Apresentação	19
1.2- Resposta Tecidual aos Biomateriais	22
1.3- O Titânio como Biomaterial	25
1.4- Implantes Ósseointegráveis	33
1.5- Fundamentos das Técnicas de Fluorescência de Raios X	37
1.6- Técnicas de Fluorescência de Raios X	40
1.7- Princípio da Fluorescência de Raios X por Dispersão de Comprimento de Onda	41
1.8- Análise por Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia	44
1.9- Parâmetros Fundamentais da Técnica de ED-XRF.	45
1.10- Técnica de Fluorescência por Reflexão Total	49
CAPÍTULO 2- MATERIAIS E MÉTODOS	
2.1- Introdução	51
2.2- Sistema de Fluorescência de Raios X	53
CAPÍTULO 3 - RESULTADOS E DISCUSSÃO	

3.1- Calibração do Sistema de Fluorescência de Raios X	56
3.2- Determinação dos Espectros da Fluorescência de Raios X	59
3.3- Estudo Estatístico Método Análise de Componentes Principais - (ACP)	95
CONCLUSÃO	97
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	98
ANEXO I – Solicitação Dos Implantes Aos Dentistas	107
ANEXO II – Glossário Odontológico	111

INTRODUÇÃO

Desde o século XVI, os materiais metálicos têm sido utilizados em aplicações como implante. O uso de metais nobres como o ouro, a prata e a platina, teve sérias restrições para a maioria das aplicações em função de suas propriedades mecânicas inadequadas além do seu alto custo. Atualmente, existem três grupos de materiais metálicos em amplo uso como biomateriais, são eles: os aços inoxidáveis, as ligas à base de cobalto, especialmente o Vitallium com 66% de Co, 28% de Cr e 6% de Mo e as ligas à base de titânio. O metal titânio e suas ligas têm sido usados com sucesso como biomateriais, devido às suas propriedades mecânicas, químicas, excelente resistência à corrosão e biocompatibilidade [HAMADA *et al.*, 2002].

É considerado um biomaterial, qualquer material, sintético ou natural, que pode ser usado como um sistema ou parte de um sistema que ofereça, aumente, ou substitua algum tecido, órgão ou função do corpo. É considerado biocompatível um dispositivo médico implantável por longo período que tenha capacidade de cumprir com sua função destinada, com o desejado grau de incorporação no hospedeiro, sem provocar efeitos locais ou sistêmicos indesejáveis. Os biomateriais devem possuir determinados requisitos essenciais, entre eles pode-se citar: biocompatibilidade, biofuncionalidade (capacidade de o material cumprir com uma reação apropriada a um hospedeiro específico), bioadesão, propriedades mecânicas e químicas compatíveis com àquelas dos ossos [WILLIAMS, 1999].

Os estudos com ligas de titânio levaram à adição de diferentes componentes, tais como: zircônio, alumínio, nióbio, tântalo e platina, surgindo então novas ligas. Para acelerar os mecanismos envolvidos na osseointegração, os implantes de titânio são freqüentemente recobertos com hidroxiapatita e fosfatos de cálcio, $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, dentre outros, visando promover uma ligação química com o osso [BARRERE *et al.*, 2002]. Entretanto, não está completamente explicada a resposta celular à camada de apatita e o titânio, especialmente as funções desenvolvidas pelo cálcio e o radical fosfato na interação entre as células e as camadas [FENG *et al.*, 2004].

De acordo com Barbosa & Fedumenti (2006), os implantes dentários estão se tornando a primeira opção para a reposição de dentes por parte do profissional Cirurgião-Dentista, bem como por parte do paciente. As vantagens apresentadas pelo tratamento de reposição dentária através de próteses confeccionadas sobre implante são

inúmeras e três destas indicações merecem destaque especial: a preservação biológica dos dentes adjacentes ao espaço protético, a preservação da estrutura óssea remanescente do rebordo alveolar e, obviamente, a estética.

Um dos principais motivos de se considerar os implantes dentários para substituir os dentes ausentes é a manutenção do osso alveolar. O implante dentário inserido no osso serve não apenas como ancoragem para o dispositivo protético, mas também como um dos melhores procedimentos de manutenção preventiva em odontologia. A tensão e o esforço podem ser aplicados sobre o osso circunjacente ao implante. Como resultado, a diminuição do trabeculado ósseo, que ocorre após a exodontia, é revertida. Há um aumento do trabeculado e da densidade do osso quando o implante dentário é inserido e inicia sua função.

O tratamento para colocação de implantes não é dolorido e atualmente são registradas respostas positivas em 95% dos casos. O implante se integra aos ossos da boca no máximo em até seis meses e a prótese é finalizada após esse período de tempo. Após esta integração óssea (osseointegração) se considera eliminada a possibilidade de fracasso. Mas mesmo no pior caso, é possível substituí-lo utilizando enxertos ósseos que ajudem no suporte ao implante.

Dados da Associação Brasileira da Indústria Médica, Odontológica e Hospitalar (ABIMO), indica uma maior procura por tratamentos com implantes odontológicos no Brasil: 800 mil implantes e 2,4 milhões de componentes de próteses dentárias são consumidos por ano no país e 90% deste mercado são atendidos pela própria indústria nacional, que cresce e investe em tecnologia, já exportando para diversos países.

O bom desempenho da indústria brasileira coloca no mercado produtos de qualidade e de custo mais baixo, barateando o tratamento e tornando-o acessíveis a mais pessoas. O aumento na demanda pela reabilitação oral com implantes também pode ser verificado pelo crescente número de especialistas para atendê-la: entre 2004 e 2008 o número de novos implantodontistas por ano cresceu cerca de 260% - no início do período, 287 novos especialistas foram registrados, e no ano passado, o número pulou para 748 (Conselho Federal de Odontologia - CFO).

Nos últimos 20 anos a utilização de dispositivos metálicos, cerâmicos ou compósitos no campo biomédico possibilitou uma melhora na qualidade de vida da população. A evolução nessa área permitiu o desenvolvimento de mais de 50 materiais diferentes, utilizados em vários dispositivos protéticos. Em implantes dentários, o Ti usinado já apresenta bons resultados da interação com o tecido biológico e sua

comprovada biocompatibilidade torna-o uma excelente alternativa às ligas que contêm níquel, cobalto e berílio às vezes associados a problemas como hipersensibilidade, reações alérgicas e carcinogênicas. Além da excelente biocompatibilidade, outras características favoráveis que incluem: alta resistência à corrosão, baixa densidade, alta relação resistência/massa, alta ductilidade, baixa condutividade térmica, bem como adequadas propriedades mecânicas, favorecem sua crescente aplicação em estruturas de próteses dentárias, ocorrida nas duas últimas décadas. Entretanto, para melhorar essa interação, conhecida como osseointegração, são realizadas modificações na superfície dos implantes. As modificações mais utilizadas são: aspersão térmica com TiO₂, jateamento por partículas (Ti, Al ou Si), o ataque ácido e, mais recentemente, a técnica por feixe de laser. A técnica por feixe de laser vem ganhando destaque por ser uma técnica que não deixa vestígios de contaminação da superfície, pois os processos de texturização podem causar contaminação do implante, caso a neutralização dos agentes ácidos utilizados no processo seja insuficiente, ou a eliminação de elementos abrasivos aplicados nas técnicas de abrasão mecânica não seja realizada de maneira eficiente.

Em 2003, antes de iniciada esta pesquisa e a pedido do autor desta dissertação, foram informalmente realizadas no “Service Central d’Analyses” - CNRS/França, algumas análises de implantes que não sofreram osseointegração (considerados rejeitados) também com Fluorescência X por dispersão de energia.

A idéia de realizar estas análises iniciais surgiu durante curso de especialização cursado pelo autor deste trabalho, diante das indagações ou comuns suposições sobre a hipótese de que a não osseointegração estaria ligada às impurezas e conseqüentemente levando ao fracasso dos implantes. Estes implantes foram processados para avaliar sua pureza e composição. Os elementos encontrados (Fe, Na, Si, Ca, Cu, W) e suas concentrações, além do titânio (Ti) e sua concentração, são apresentados na tabela 1.

Elemento %	Ti	Fe	Na	Si	Ca	Cu	W
Amostra 1	91,0	1,70	3,50	1,2	1,00	<	0,10
Amostra 2	94,2	1,32	1,80	0,34	0,10	0,11	0,09
Amostra 3	97,3	1,00	<	0,40	0,23	0,07	0,10
Amostra 4	96,0	1,25	<	0,41	0,42	0,08	0,08
Amostra 5	96,1	0,85	0,98	0,55	0,32	0,10	0,09
Amostra 6	97,8	0,87	<	<	0,18	0,05	0,10
Amostra 7	96,0	0,44	<	1,20	0,19	0,17	0,10

< significa menor que o limite de detecção do aparelho.

Tabela 1: Análises dos implantes realizadas em 2003

Os resultados obtidos na ocasião permitiram levantar a hipótese de que as impurezas pudessem ser responsáveis pela não osseointegração. Desta forma, se tornou necessário um estudo mais aprofundado que pudesse elucidar a questão.

O principal objetivo deste trabalho foi realizar, utilizando a Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia (ED-XRF), um novo estudo da pureza de pinos de Ti utilizados em implantes odontológicos atuais.

Este estudo objetiva ainda: identificar os metais e a concentração de cada um em cada marca de implante analisada; determinar a composição química dos implantes que foram instalados e que não sofreram osseointegração; e ainda, estabelecer uma relação entre as impurezas encontradas na composição dos implantes e a resposta biológica adversa.

CAPITULO I – Revisão Bibliográfica

1.1 – Apresentação

A reposição de órgãos ou tecidos perdidos pelos seres humanos tem sido realizada desde os primórdios das ciências médicas. A reabilitação e retorno à integralidade de formas e funções através dos mais diversos artifícios possíveis, são atualmente tema de várias pesquisas, porém, os resultados obtidos nem sempre suprem as necessidades individuais [BRÄNEMARK, P. I., 1986].



Figura 1: Ilustração de Implante Instalado [www.srimplantes.com.br]

A Implantodontia é o ramo da odontologia que recupera espaços edêntulos através da inserção de próteses radiculares (raízes) que suportarão uma prótese de coroa (dente). Isso se dá implantando um parafuso de titânio no interior do tecido ósseo na área onde ficava o elemento dental perdido (Figura 1 e 2). O titânio tem a capacidade singular da osseointegração, isto é, incorpora-se ao osso, sobre o implante é colocada a peça protética [www.bolivar.odo.br].

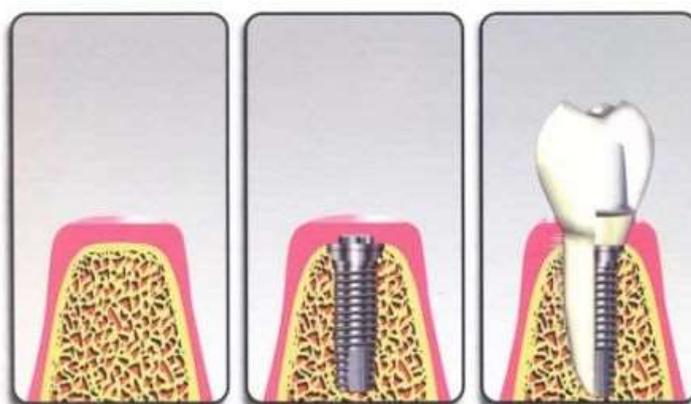


Figura 2: Ilustração de Reabilitação com Implante [www.blog.implantesorais.com.br]

A osseointegração é caracterizada pela união do osso com uma superfície de titânio, que tem a capacidade de se incorporar ao osso. Quem descobriu a técnica da osseointegração foi o médico sueco Per-Ingvar Brånemark na década de 60, através de experiências com a inserção de câmaras de titânio na fíbula de coelhos e obteve uma grande dificuldade para removê-las. Com seus estudos percebeu o comportamento íntimo entre o osso e titânio. Os pinos conseguem atuar como raízes dentárias artificiais. O procedimento pode ser feito para a implantação de um ou mais dentes. Com essa técnica, o organismo não consegue identificar o titânio intraósseo, já que após a colocação da peça dentro do osso, as células ósseas migram para a superfície do metal [www.blog.implantesorais.com.br]. É o que demonstra, por exemplo, as figuras 3 e 4, com a instalação de minimplantes, onde um tecido ósseo é formado ao redor do implante sem o crescimento de tecido fibroso.



Figura 3: Miniimplantes instalados [SEONG-HUN, K. *et al*, 2009]



Figura 4: Histologia da osseointegração do Implante [CONSOLARO *et al*, 2008]

Em maio de 1982, na Conferência de Toronto, foi apresentado o conceito de interface osso-implante, a qual se denominou osseointegração. Esse novo conceito baseou-se na inserção atraumática do implante e no retardo da sobrecarga funcional sobre ele. Pesquisadores suecos liderados por P. I. Bränemark, relataram o grande sucesso dos implantes realizados na mandíbula durante um período de 15 anos [BRÄNEMARK, P. I., 1986].

Do ponto de vista da medicina e da biologia (macro e microscópica), a osseointegração é definida como a aposição íntima de osso neoformado e reformado em congruência com as fixações, incluindo irregularidades de superfície. Em observações por microscopia óptica, nessa aposição não deve haver interposição de tecido conjuntivo ou fibroso e deve ser estabelecida uma conexão estrutural e funcional direta, capaz de suportar cargas fisiológicas normais sem deformação excessiva e sem iniciar um mecanismo de rejeição [BRÄNEMARK P-I., GRÖNDAHL K., BRÄNEMARK B.K., 2005].

Com o conhecimento, Bränemark (1986) divulgou o conceito de osseointegração, como sendo a possibilidade de ancoragem direta da estrutura do implante no osso, submetida à carga funcional, sem que haja a presença de tecido conjuntivo fibroso nesta interface. A ancoragem foi obtida devido à incapacidade de movimentação da unidade de ancoragem frente à mecânica ortodôntica [WEHRBEIN & DIEDRICH, 1993].

A exigência por uma qualidade de vida e o desenvolvimento de novos biomateriais utilizados em cirurgias ortopédicas reduziu drasticamente a rejeição do organismo hospedeiro, mas principalmente evitaram infecção em curto prazo, melhoraram a biocompatibilidade a longo prazo e permitiram determinar as limitações dos materiais. Boa resistência ao desgaste e à corrosão no meio corpóreo, não apresentar toxicidade ao corpo e longa permanência no local são algumas das principais características que um biomaterial deve possuir para ter sucesso na aplicação. Porém, no corpo humano a degeneração óssea, inflamações nas articulações, bem como o desgaste ou corrosão das próteses e implantes, freqüentemente ocorrem e trazem complicações clínicas [HE & HAGIWARA, 2006].

1.2 – Resposta Tecidual dos Biomateriais

O critério de seleção de biomateriais é baseado principalmente na aplicação a que se destinam. Para dispositivos que fiquem em contato com o sangue, esses materiais são: componentes de dispositivos extra corpóreos que removem e retornam sangue do corpo; dispositivos que são inseridos em um vaso sanguíneo; dispositivos que ficam permanentemente implantados [ASM HANDBOOK, 2000].

De acordo com Silva (2006), diversos biomateriais têm sido utilizados na confecção de implantes, sendo a necessidade específica o fator determinante para a escolha do material adequado. Materiais rígidos substituem estruturas de suporte, como, por exemplo, tecido ósseo e dentes, materiais flexíveis substituem tecidos moles como válvulas, músculos, veias e pele. Para dispositivos de aplicações em tecidos moles, os materiais se propõem a aumentar ou redefinir o tecido (implantes de seios e implantes faciais). Em aplicações ortopédicas e odontológicas, os materiais são componentes de implantes estruturais (próteses de juntas e implantes de raiz de dentes) ou são usados para reparar defeitos ósseos (parafusos e pinos inseridos em osso). Antes das aplicações os biomateriais são freqüentemente analisados e testados “in vitro” e “in vivo” quanto às suas propriedades osteocondutivas e indutivas. Para a osteoindução é necessário haver células capazes de se diferenciarem em células formadoras de osso. O parâmetro mais confiável para a diferenciação final e formação óssea consiste na produção de células intermediárias controladas pela matriz extracelular calcificada.

Nos estudos dos biomateriais, a quantidade de matriz mineralizada formada no material só é confiável quando comparada à capacidade osteoindutiva dos materiais. Um dos métodos empregados para avaliar a capacidade osteoindutiva do biomaterial é através do emprego de soluções simuladoras do meio corpóreo. Nestes ensaios é importante estar certo que a deposição de minerais não é consequência de precipitações espontâneas devido aos altos níveis de íons de cálcio e fosfato existentes na solução empregada no estudo, mas sim, um processo de células intermediárias ocorrendo sob condições fisiológicas que têm sido equivalente à “ossificação in vivo”. Calcificação distrófica do biomaterial deve ser distinguida da mineralização metabólica de células intermediárias. Diferentes parâmetros de expressões precoces (avaliação de níveis de fosfatase alcalina e formação de colágeno tipo 1 (um) e tardias (osteocalcinas) de osteoblastos foram correlacionados [SILVA, J.C., 2006].

Um meio propício deve ser criado para atrair o potencial de formação de células ósseas. Essas células devem receber a correta estimulação para sintetizar e mineralizar a matriz extracelular orgânica controlada durante o percurso. Nas avaliações da capacidade osteoindutivas dos biomateriais executadas “in vitro” frequentemente são usadas linhas de células osteoblásticas (células jovens, em desenvolvimento), bem como células primárias. Como parâmetros para o potencial osteoindutivo de biomateriais, células são analisadas nos níveis de expressão de fosfatase alcalina, capacidade de síntese de colágeno e potencial de mineralização da matriz do tecido. A base da diferenciação final das células em osteoblastos é a formação da matriz extracelular calcificada. Entretanto, a deposição de sais de cálcio não ocorre somente no processo de ossificação, mas também em tecidos degradados e necróticos (calcificação distrófica ou não-metabólica). Normalmente, a cultura pode vir acompanhada por precipitações de sais de cálcio, os quais não são representativos para a formação óssea. Além disso, os altos níveis de fosfatase alcalina criam a possibilidade de ocorrer secreção, resultando na clivagem de β -glicerofosfato e subseqüentemente na precipitação não específica do mineral [DECLERCQ *et al.*, 2005].

Os biomateriais podem ser cerâmicos, poliméricos ou metálicos, de acordo com as necessidades protéticas e condições de aplicação. Eles devem ser biocompatíveis e biofuncionais, e ainda ser isentos de produzir qualquer resposta biológica adversa local ou sistêmica, ou seja, o material deve ser não tóxico, não carcinogênico, não antigênico e não mutagênico. Existem várias classificações para os materiais quanto à resposta biológica. Quando se consideram os materiais de maneira genérica (não se restringindo aos biomateriais), os materiais podem ser classificados em tóxicos e não tóxicos. Quando se considera apenas os biomateriais, estes podem ser classificados em materiais bioinertes, bioreativos e bioativos ou ainda a categoria de materiais bioartificiais. Esses materiais podem ser definidos como sendo uma combinação de materiais sintéticos e células vivas e podem ser divididos em três zonas, como mostrado na figura 5 [HOBKIRK & WATSON, 1996].

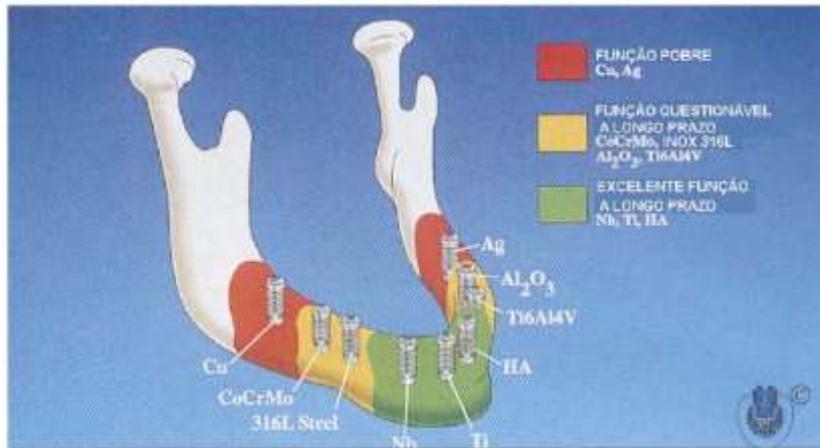


Figura 5 - Biocompatibilidade de implantes odontológicos [HOBKIRK & WATSON, 1996]

Na zona vermelha ficam os materiais tóxicos, na zona amarela os bioinertes e na zona verde, os materiais que interagem positivamente com o corpo humano. Os materiais os quais o tecido ósseo tem demonstrado maior tolerância estão na zona verde e são exemplificados pelo titânio, nióbio, tântalo e hidroxiapatita (HA). Outros materiais como os aços inoxidáveis, ligas Cr-Co-Mo, óxidos de alumínio e zircônio, ligas de titânio dentre outros, são questionáveis quanto à função de longo prazo. Os materiais posicionados na zona vermelha são aqueles que apresentam resposta adversa do tecido ósseo. O material biocompatível não deve causar danos no local onde é implantado e nos tecidos vizinhos, assim como não deve provocar reações imunológicas locais ou causar danos a tecidos, órgãos e sistemas distantes do local implantado, que possam ser prejudiciais ao paciente, pois os tecidos comportam-se de forma diferente, quando em contato com materiais diferentes, promovendo respostas diversas, algumas desejáveis e outras não, motivo pelo qual a seleção do material deve ser criteriosa. Por outro lado, a biofuncionalidade é a capacidade de um dispositivo funcionar com resposta apropriada do hospedeiro em uma aplicação específica. Esta definição relaciona a biofuncionalidade a um conjunto de propriedades que dá a determinado dispositivo a capacidade de realizar uma função semelhante à daquela do material que está sendo substituído [BOSCHI, A. O., 1996].

Logo após a descoberta da osseointegração, vários grupos passaram a fabricar implantes que se assemelham ao modelo original, desenvolvido por Bränemark. A partir deste momento, iniciaram-se a confecção de produtos com equivalência de tamanho, formato e composição; porém o acabamento superficial pode variar significativamente de acordo com as técnicas de acabamento e tratamento de superfície, alterando

substancialmente o processo de osseointegração [SILVA, J.C., 2003]. Dessa forma, os resultados de pesquisas e experiências clínicas de um sistema de implantes não podem ser considerados e repetidos tão somente pelas semelhanças. Textura da superfície, composição, descontaminação de superfície, entre outros fatores, influem no bom desempenho dos implantes [SILVA, J.C., 2000].

1.3 – O Titânio como Biomaterial

O titânio de número atômico 22 e massa atômica 47,9 é o nono elemento mais abundante da crosta terrestre. Foi inicialmente identificado por Willian Gregor em 1790 que nomeou o novo elemento como *menaccine* ou *menaccanite*. Um século e meio após Gregor identificar o titânio, descobriu-se que esse metal era inerte no meio tecidual e, conseqüentemente, biologicamente aceito. Diversos biomateriais têm sido utilizados em cirurgias ortopédicas e odontológicas. O titânio e as ligas à base de titânio possuem biocompatibilidade, resistência à corrosão, baixo módulo de elasticidade e baixa densidade. Devido a estas qualidades, o titânio é o material de escolha para as cirurgias de implantes odontológicos e ortopédicos. A partir de então, o que se tornou conhecido como osseointegração vem desempenhando um papel de fundamental importância para a reconstrução bem sucedida de diversas partes do corpo humano [JOHNS, 2005].

A osseointegração foi inicialmente definida como uma conexão direta, estrutural e funcional entre o osso vivo e ordenado e a superfície de um implante com cargas funcionais [BRÄNEMARK, 1985]. Mais recentemente, Bränemark, Gröndahl e Bränemark (2005) propuseram que o termo osseointegração deveria ser definido sob vários pontos de vista, respeitando algumas escalas de interesse científico. Somente a soma total desses pontos de vista poderia fornecer uma definição completa de osseointegração. Do ponto de vista do paciente, um implante está osseointegrado se promover um suporte estável e aparentemente imóvel de uma prótese sob carga funcional, sem dor, inflamação ou falha. Sob uma ótica da biologia microscópica, macroscópica e médica, a osseointegração de um implante é definida como a aposição íntima de um novo osso em congruência com os implantes, ao nível de microscopia óptica, ou seja, sem interposição de tecido conjuntivo ou fibroso. Além disso, uma conexão direta e funcional é estabelecida, capaz de suportar cargas funcionais sem deformação excessiva e sem iniciar um mecanismo de rejeição. As deformações

precisam ser da mesma magnitude de quando as mesmas forças forem aplicadas diretamente ao osso.

A definição de osseointegração do ponto de vista macroscópico e biomecânico seria a ausência de movimentação relativamente progressiva entre o implante e o osso vivo e matriz, sob níveis funcionais de cargas por toda a vida do paciente. Em termos biofísicos e de microscopia (óptica e eletrônica), a osseointegração implica que os componentes do tecido em uma camada fina em volta da superfície do implante sejam identificados como constituintes de osso e da matriz. Dessa forma, os tecidos mineralizados em contato com a superfície do implante devem cobrir sua maior parte, na ordem de grandeza de nanômetros, sem que nenhum material interveniente significativo exista na interface. O sucesso da osseointegração requer que o tecido ósseo seja capaz de aceitar a presença de uma ancoragem protética não biológica e se adapte a transferência de cargas funcionais, sem iniciar um processo de rejeição, mesmo em longo prazo [BRÄNEMARK; GRÖNDAHL; BRÄNEMARK, 2005].

O entendimento da estrutura e das propriedades biofísicas do tecido que envolve os implantes é de grande importância. Albrektsson *et al.* (1983) publicaram uma descrição detalhada da zona de interface entre o implante e o osso circunjacente. O corpo do implante é de titânio puro (99,75%) com pequenas quantidades de ferro (0,05%), oxigênio (0,10%), nitrogênio (0,03%), carbono (0,05%) e hidrogênio (0,012%). Durante a manufatura do implante e no processo de limpeza, uma camada de óxido se desenvolve em sua superfície. Essa camada é de extrema importância, uma vez que determina as propriedades da superfície do implante. A molécula biológica que se aproxima do implante encontra com um óxido de metal, e não com uma superfície metálica.

Outro papel importante da camada de óxido de titânio parece ser a redução da taxa de corrosão do implante e, conseqüentemente, da difusão de íons metálicos nos tecidos vizinhos. A superfície dos implantes osseointegrados é coberta por uma fina camada de substância fundamental (glicosaminoglicanas e proteoglicanas), e de prolongamentos dos osteoblastos, que estão sempre separadas por uma camada de substância fundamental de pelo menos 200Å [ALBREKTSSON *et al.*, 1983].

Os critérios para que um implante fosse considerado bem sucedido foram propostos por Albrektsson *et al.* (1986) e incluíam:

- a) ausência de mobilidade clínica do implante;
- b) ausência de radiolucências periimplantares;

- c) perda óssea vertical de até 0,2mm anualmente após o primeiro ano em função;
- d) ausência de sinais e sintomas tais como dor, infecção, neuropatias, parestesia ou violação do canal mandibular, e;
- e) dentro dos critérios anteriormente citados, taxa de sucesso mínima de 85% em cinco anos e 80% em dez anos.

O sucesso em longo prazo dos implantes osseointegrados, tanto em pacientes total quanto parcialmente edêntulos, tem sido vastamente demonstrado na literatura [ADELL *et al.*, 1981; VAN STEENBERGHE *et al.*, 1990; LEKHOLM *et al.*, 1999]. Inicialmente, o uso dos implantes osseointegrados se restringia às regiões anteriores de arcos totalmente edêntulos, devolvendo ao paciente o componente funcional, não sendo a estética um fator preponderante. Com a evolução da técnica, os implantes passaram a ser indicados para regiões com ausências dentárias parciais e unitárias, necessitando de condições ideais apresentadas pelos tecidos ósseo e mucosos e uma maior preocupação com a estética.

Apesar de o titânio e suas ligas serem aplicadas em grande escala na implantodontia e de os resultados das experiências clínicas comprovarem que tais materiais apresentam excelente biocompatibilidade, ainda existem dúvidas quanto às características e propriedades físicas destes materiais. Além disso, não há definição do padrão ideal da morfologia superficial dos implantes [ELIAS, C.N., 1999].

Diferentes superfícies de implantes osseointegráveis de titânio, citadas por Buser (2003), estão disponíveis no mercado, entre as mais comuns estão:

- Superfície usinada “lisa”.
- Superfície lisa anodizada.
- Superfície revestida com plasma spray de hidroxiapatita.
- Superfície revestida com plasma spray de titânio.
- Superfície jateada com óxido de titânio (TiO₂).
- Superfície jateada com óxido de alumínio (Al₂O₃).
- Superfície com condicionamento ácido.
- Superfície jateada (Al₂O₃) e condicionada por meio ácido

- As alterações de superfície nos implantes podem ser obtidas por vários métodos:
- Superfície de adição: Quando a superfície final é aplicada sobre o corpo do implante, como por exemplo, com revestimento obtido por plasma spray de titânio, hidroxiapatita ou alumina.
 - Superfície de subtração: O corpo do implante é exposto de forma adequada a materiais corrosivos que alteram a morfologia superficial, tais como abrasão por jateamento de partículas (TiO_2 e Al_2O_3) e por condicionamento ácido.
 - Combinações de procedimentos: Utilizada por alguns fabricantes para obter as alterações superficiais desejadas, como por exemplo, jateamento de partículas e posterior subtração ácida.

As modificações superficiais nos implantes de titânio são geralmente estudadas *in vivo*, utilizando diferentes animais.

Os métodos de avaliação mais usados são os seguintes:

- Análise histológica e histomorfométrica para avaliar a quantidade e qualidade de tecido ósseo formado ao redor dos implantes.
- Testes biomecânicos para medir a força necessária para a remoção de implantes.

A necessidade de se melhorar as condições de osseointegração, principalmente em casos de ossos de qualidade ruim, onde anteriormente os implantes não apresentariam bons resultados, levou ao conceito de aumento de área de contato através de aumento do diâmetro do implante ou texturização da superfície. Assim busca-se uma superfície de contato mais rugosa e, conseqüentemente, aumento da área de contato entre metal e osso [SILVA, J.C., 2003].

A variação da morfologia das rugosidades, em nível macroscópico ou microscópico, propicia áreas de contato diferentes com as células e biomoléculas, responsáveis pela intensidade e tipos de ligações biológicas individuais. A composição química da superfície determina a estabilidade e a reatividade do implante, a que deve ser constituída unicamente por óxido de titânio para evitar que as ligações sejam heterogêneas [BUSER in LOTUFO, R. F., LASCALA Jr., N. T., 2003].

Do ponto de vista biológico, os fibroblastos células típicas do tecido conjuntivo, evitam superfícies rugosas e tendem a se acumular em superfícies lisas. Ao contrário, os macrófagos, células muito ativas nos processos imunológicos e os osteoblastos, células ósseas jovens possuem rugofilia, ou seja, aderem mais facilmente a superfícies rugosas, como por exemplo, as superfícies revestidas por plasma spray encontradas em alguns sistemas de implantes. A rugosidade deve ser controlada, pois as células necessitam de

pontos de ancoragem, na superfície dos implantes, para iniciar a proliferação e constituir uma boa biofixação dos implantes. Se as rugosidades forem muito menores que o tamanho das células, não existirão sítios de biofixação adequados. Em contra partida, se a superfície apresentar grandes picos ou vales, mas se estes possuírem superfícies lisas, as células poderão também não encontrar sítios de biofixação adequados. A adesão e o espalhamento de células em superfícies de implantes são associados à microestrutura superficial. As principais estruturas de contato são: contato estreito, contato focal, matriz extracelular e hemidesmossoma. Foi observado que a união celular, a morfologia celular e a proliferação celular são influenciadas pelo tratamento de superfície, com significativo aumento na atividade das células osteoblásticas em superfícies com revestimentos porosos [SIMON, 2005]. Baseado em seus estudos, este autor afirma que as superfícies revestidas e porosas de titânio apresentam significativamente melhores características de biocompatibilidade em comparação a outras superfícies de titânio, além de aumentar a resistência à corrosão.

Foi realizada uma comparação entre seis tipos de superfícies de implantes que permitiu confirmar que o processo de osseointegração pode ser acelerado através do aumento da rugosidade superficial [GIAVARESI, 2003]. Outros estudos concluíram através de controle radiográfico que superfícies de implantes que venham a aumentar a rugosidade, entre elas o revestimento por plasma spray, induzem maior densidade óssea, quando comparado a superfícies usinadas [TABA, 2003]. Também foi demonstrado que a resposta celular é diferente em implantes de titânio, quando as superfícies são diferentes; apesar de os implantes serem feitos com o mesmo material. Em especial, implantes com superfície porosa obtida através de revestimento por plasma spray possuem grande importância na fixação ideal entre osso viável e os implantes. As superfícies mais estudadas e documentadas são: superfície usinada (lisa) e superfície revestidas com plasma spray de titânio [CHANG, 1998].

Na década de 50 surgiram vários tipos de implantes no mercado, os implantes subperiostais apresentados à comunidade científica na época, eram colocados sobre o tecido ósseo e sob o periósteo. A prótese era conectada imediatamente após a inserção do implante. Problemas periodontais severos retiraram a técnica do mercado. Anos mais tarde, surgiram os implantes laminados, sendo originalmente usados na sua fabricação, ligas de cromo, níquel e vanádio e mais recentemente óxido de alumínio e ligas de titânio. Estes implantes estão associados a complicações no tecido mole e perda óssea

acelerada, além do que, são de difícil remoção provocando danos significantes ao tecido ósseo adjacente [ERIKSSON, 1983].

Paralelamente a isto, pesquisadores na Suécia iniciaram em 1952, um novo conceito de implantes dentais osseointegrados, com eficácia clínica comprovada através de inúmeros casos que apresentaram próteses em plena função por longos períodos. Estudos experimentais com implantes dentais em forma de parafuso mostraram uma interface de contato direto osso-titânio, sem interposição de tecido mole [BRÄNEMARK, 1985].

O titânio puro é mais propriamente um material mole não-magnético e é produzido em quantidade comerciais por aquecimento do minério rutilo (TiO_2) e ilmenita (FeO-TiO_2) na presença de carbono e cloro produzindo, dessa forma, o tetraclore de titânio e reduzindo o mesmo com metal magnésio em redor selado com atmosfera inerte, resultando numa esponja de titânio que é então fundida sob vácuo ou em atmosfera de gás argônio em lingotes do metal [FRAKER, 1987].

A adição de quantidades em nível de traços de elementos como carbono, oxigênio, nitrogênio e ferro podem melhorar significativamente as propriedades mecânicas do titânio puro. A maioria dos produtos de titânio comercialmente puro contém traços alguns desses elementos [ALBREKTSSON, 1983; FRAKER, 1987].

Apesar da pequena quantidade de oxigênio, ferro, nitrogênio, carbono e hidrogênio presentes no titânio **cp** (comercialmente puro), isso causa mudanças consideráveis em algumas propriedades mecânicas. Isso porque esses elementos passam a ocupar espaço dentro do arranjo cristalino, causando desalojamento parcial dos átomos de titânio, o que acarreta um “travamento”, diminuindo o eventual deslizamento das camadas dos átomos, quando sujeitos às forças externas, aumentando dessa forma, a resistência a possíveis deformações plásticas (solução sólida). Para que se consiga um sucesso em longo prazo dos implantes é preciso que o material possua características fundamentais como: biocompatibilidade, resistência ao desgaste, resistência à corrosão e resistência à fratura [PARR, 1985].

O titânio é um metal resistente e aproximadamente 50% mais leve que o aço, e puro, sofre uma mudança cristalográfica quando aquecido a 883°C . O titânio existe em duas formas cristalográficas (figura 6). O titânio comercialmente puro em temperatura ambiente tem a forma hexagonal densamente agrupada (hcp), esta é a estrutura cristalina da fase alfa (α). Na temperatura de 883°C o titânio passa para a forma cúbica de corpo centrado (bcc) conhecida como fase beta (β) [BRESCIANI FILHO, E., 1997].

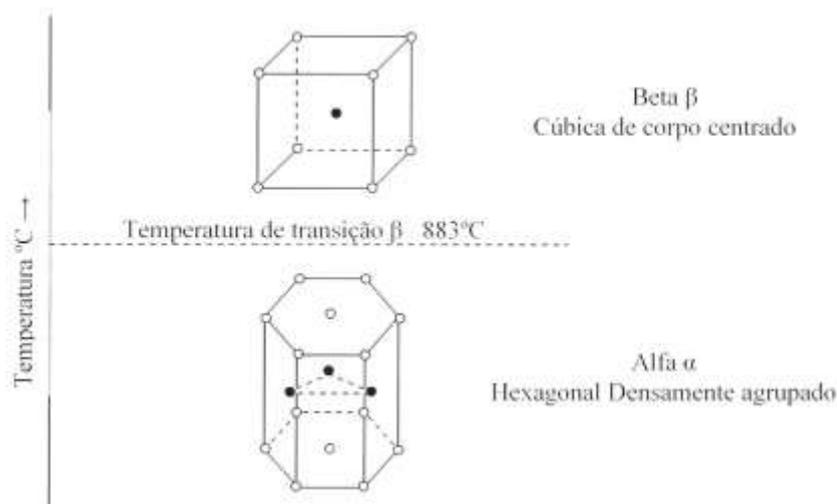


Figura 6 - Estruturas Cristalográficas do Titânio [BRESCIANI FILHO, E., 1997]

Os sistemas de implantes odontológicos fabricados atualmente são confeccionados de titânio comercialmente puro (Ti cp) ou uma de suas ligas de interesse da odontologia, como Ti-Al e Ti-V. Estes elementos atuam como estabilizadores de fases alfa (α), beta (β) e alfabeta ($\alpha\beta$). O alumínio adicionado aumenta a resistência mecânica e diminui o peso da liga estabilizando a fase alfa (α); já o vanádio estabiliza a fase beta (β). As ligas são tratadas termicamente para aumentar sua resistência mecânica produzindo soluções sólidas contínuas e os elementos incorporados, atuam como estabilizadores da condição de fase [FRAKER, 1987]. Dessas ligas de Ti, a mais comum contém 6% de alumínio e 4% de vanádio e é conhecida como Ti_6Al_4V . Elas são leves, fortes e altamente resistentes à fadiga e corrosão, embora sejam mais duras que o osso. Seu módulo de elasticidade é 114×10^3 GPa é mais próximo do módulo de elasticidade do osso de 16.5×10^3 GPa que qualquer outro material utilizado na fabricação de implantes endósseos, com exceção do Ti **cp**, cujo módulo de elasticidade é de 103.4×10^3 Gpa. Esta propriedade permite uma maior distribuição das forças na interface osso-implante [PARR, 1985].

A produção comercial do titânio é rigidamente controlada pela sociedade americana para análise e padronização de materiais (ASTM), que estabelece normas específicas para os graus de contaminação do titânio e para suas ligas de Ti_6Al_4V , utilizada na fabricação de implante de uso cirúrgico [ASTM, 2000]. A tabela 2 apresenta as diferentes concentrações dos elementos nitrogênio, carbono, hidrogênio, ferro, oxigênio e titânio, assim como suas propriedades mecânicas, que selecionam os diferentes graus de pureza do Ti.

Tabela 2 - Concentração máxima permitidas para as impurezas no Ti [ASTM, 2000].

Liga	Elemento (% de impureza)							
	N	C	H	Fe	O	Al	V	Ti
Ti grau I	0,03	0,10	0,015	0,02	0,18	-	-	Balanço
Ti grau II	0,03	0,10	0,015	0,03	0,25	-	-	Balanço
Ti grau III	0,05	0,10	0,015	0,03	0,35	-	-	Balanço
Ti grau IV	0,05	0,10	0,015	0,05	0,40	-	-	Balanço
Ti6Al4V	0,05	0,08	0,012	0,25	0,13	5,5 – 6,5	3,5 – 4,5	Balanço

O titânio se destaca como material de interesse ortopédico, devido às características, tais como biocompatibilidade, resistência à corrosão, alto módulo de elasticidade, facilidade de obtenção e custo. Apesar de atualmente o titânio e suas ligas serem amplamente utilizados, existem dúvidas quanto às características ideais das superfícies de implantes para se obter biofixação adequada e que não existem padrões definidos para a morfologia superficial de implantes [SILVA, J.C., 2006].

Diversos fabricantes produzem implantes com equivalência de tamanho, forma e composição, porém a superfície de contato varia significativamente, em função das diferentes técnicas de acabamento e tratamento superficial. Isto pode interferir diretamente no processo de osseointegração e nos resultados clínicos em longo prazo [SILVA, J.C., FURUKITA, S. K., OLIVEIRA, T. V., 2000].

O tratamento de superfície torna-se ainda mais importante considerando-se que as reações primárias que ocorrem na interface osso-implante possuem nível atômico e são dependentes da composição química da superfície. Em implantes dentários, por si só o Ti comercial puro usinado já apresenta bons resultados da interação com o tecido biológico. Entretanto, para melhorar essa interação, conhecida como osseointegração, são realizadas modificações na superfície dos implantes. A modificação mais utilizada é a técnica por feixe de laser. Esta técnica vem ganhando destaque por ser uma técnica que não deixa vestígios de contaminação da superfície, pois os processos de texturização podem causar contaminação do implante, caso a neutralização dos agentes ácidos utilizados no processo sejam insuficientes, ou a eliminação dos elementos abrasivos, aplicados nas técnicas de abrasão mecânica, não seja realizada de maneira eficiente [ELIAS, C.N., 1999]. Para esse fim, os tipos de lasers mais empregados nos

trabalhos de materiais são os gerados por uma mistura gasosa contendo gás carbônico e os geradores por Nd:YAG (*Neodymium – Yttrium Aluminum Garnet*) no estado sólido. Ambos os lasers, CO₂ e Nd:YAG podem ser usados em aplicações de corte, solda e modificações de superfície. Com o advento do laser de alta potência de Nd:YAG no mercado, existe uma tendência atual nas indústrias da troca do laser de CO₂ pelo de Nd:YAG, devido a sua vantagem de transporte do feixe por fibras óticas [ALBREKTSON, T., 1985]. Hallgren (2003) e colaboradores, utilizando laser Nd:YAG, irradiaram 120 implantes com intensidade de 3,5 mJ/pulso. Após 12 semanas de implantação, os implantes foram removidos por meio de torque reverso. Para os implantes irradiados por laser, obteve-se 52 N.cm e 35 N.cm para os usinados [BRÄNEMARK, P. I 1985]. Os autores concluíram que os implantes com superfície modificada por feixe de laser obtiveram uma melhor e mais estável fixação ao osso em relação aos usinados, indicando a importância de uma estrutura espacial da topografia capaz de proporcionar a integração do implante ao osso. Essa estrutura é devida ao processo de oxidação da superfície, a qual resulta uma modificação na molhabilidade dos implantes. Desta forma, a ferramenta laser aplicada como modificador de superfície para aplicações em implantes dentários, apresenta-se viável do aspecto tecnológico, além dos bons resultados clínicos obtidos. Entretanto, o ciclo completo da interação laser-metal é complexo e não linear e que os fenômenos envolvidos acontecem com efeitos simultâneos e sequenciais [ELIAS, C.N., 1999].

1.4 - Implantes Osseointegráveis

Bränemark *et al.* (1969) apresentaram um sistema de implantes osseointegráveis, para a reabilitação de indivíduos edêntulos, que consistia em duas fases: a primeira cirúrgica, de instalação dos implantes, mantendo-se um repouso por um período de seis meses na maxila para osseointegração e na mandíbula por quatro meses. A segunda fase se dava com a reabertura para remoção do parafuso de cobertura, instalação do cicatrizador para modelação gengival e, finalmente, confecção de prótese implantossuportada.

Person *et al.* (1996) relataram que a finalidade da utilização do parafuso de cobertura é a de promover a proteção da região interna do implante, evitando o crescimento ósseo no seu interior ou a invaginação de tecido mole. Um dos inconvenientes deste espaço criado internamente ao implante é a contaminação

bacteriana, passando esta região a abrigar uma flora bacteriana heterogênea e anaeróbica durante o período de espera da osseointegração.

Para Ericsson *et al.* (1995), mucosas aparentemente saudáveis apresentam na microfenda, entre o parafuso de cobertura e o implante, um tecido conjuntivo com infiltrado inflamatório, resultante da contaminação de bactérias na parte interna do implante. Isto é confirmado por exames bacteriológicos, e a reabsorção óssea ao redor do pescoço do implante pode ser causada por esta contaminação.

Kleisner *et al.* (1996) relataram que não é bem entendida ainda a etiologia e a patogênese nas falhas na fixação de implantes, mas acredita-se que a reabsorção óssea ao redor do implante seja devido à atividade bacteriana, oriunda de bactérias que se alojam no interior do implante no ato de sua instalação, nas microfendas entre o parafuso de cobertura e a rosca interna do implante. Com esta contaminação, ocorre um infiltrado de células inflamatórias ao redor do parafuso de cobertura.

Segundo Person *et al.* (1996), depois de períodos variados em função na cavidade bucal, a microbiota interna na rosca dos implantes constitui principalmente de Estreptococos facultativos e anaeróbios, bacilos gram positivos anaeróbios tais como: as espécies Propionibactérias, Eubactérias, Actinomicetes e bacilos gram negativos, incluindo espécies como Fusobactérias, Prevotella e Porfiromonas. As razões para ocorrer essa presença de bactérias podem advir da contaminação do implante durante a primeira fase de instalação do mesmo, ou uma transmissão de microorganismos da cavidade bucal durante a função, após a instalação das próteses.

Contigiani, (2000) apontou a infecção microbiana como causadora da periimplantite, destacando e que seu desenvolvimento se assemelha ao da periodontite: remoção do biofilme bacteriano que propicia o controle da infecção e o restabelecimento do tecido. A microflora associada às fixações inflamadas é formada por microorganismos semelhantes aos das patogenias periodontais; os tecidos periimplantares e periodontais demonstram capacidade similar de combate à inflamação, porém, quando a infecção se alastra, as barreiras periimplantares ficam menos resistentes do que as dos tecidos periodontais. Quando os indivíduos têm boa saúde, o sistema das fixações e o sistema periodontal exibem comportamentos semelhantes; o volume da inflamação de um hospedeiro em uma mucosite é similar à da gengivite; em dentes e fixações que acumulam biofilme bacteriano num período de três meses, a inflamação penetra mais profundamente dentro do tecido conjuntivo que permeia as fixações devido a menor tonicidade do tecido periimplantar; uma lesão ao

redor da fixação pode progredir mais rápida e ser mais profunda do que ao redor do dente natural, uma vez que não existem barreiras naturais como nas uniões de tecido conjuntivo da dentição natural; e, ainda, as patogenias periodontais de dentes naturais podem ser transferidas às fixações. Outro aspecto abordado pelo autor refere-se aos fatores etiológicos da periimplantite, que inclui o tipo de superfície da fixação, o modo de fixação da supraestrutura, a cicatrização dos tecidos moles, a união entre o pilar e a fixação constituiria um dos locais propícios para a periimplantite. Em se tratando das fixações com superfície de hidroxiapatita são mais suscetíveis à colonização se comparadas às fixações de superfície lisa.

Segundo Figueiredo (2002), as doenças periimplantares são caracterizadas como uma reação inflamatória que ocorre nos tecidos periimplantares; enquanto que a mucosite periimplantar refere-se às reações inflamatórias reversíveis existentes em tecido mole. Diferentemente da mucosite, a periimplantite englobaria as reações inflamatórias relacionadas à perda de osso de suporte. Barbosa *et al.* (2002) destacaram que a exposição dos parafusos de cobertura das fixações cria focos para o acúmulo de biofilme bacteriano e que pode facilitar perda óssea na crista periimplantar.

Ashley *et al.* (2003) afirmaram que a ausência de osseointegração leva a mobilidade da fixação e falha subsequente. Uma fixação com mobilidade, além de apresentar um som surdo pela percussão, apresenta também radiolucidez periimplantar. Estudos desenvolvidos por Celenza e Hochman, (2000) mostraram que cargas ortodônticas funcionaram como forças de menor magnitude, por isso não são capazes de gerar formação osteolítica.

Albrektson & Zarb (1985) definiram a osseointegração como o contato direto, estrutural e funcional, entre o osso ordenado e saudável com a superfície do implante, em nível microscópico estável e capaz de suportar as forças fisiológicas e que a osseointegração permite a ancoragem e manutenção de longo prazo dos implantes em condições favoráveis à reabilitação do paciente, promovendo conforto, estética e funcionalidade. Bränemark e colaboradores (1985) realizaram estudos de microscopia vital em seres humanos, analisando a microcirculação sanguínea, o processo inflamatório e o processo de reparo ósseo. Após a realização dos ensaios, as micro câmeras deveriam ser removidas devido ao seu alto custo. Os autores observaram que as câmeras implantadas em tecido ósseo, algum tempo depois da implantação não podiam ser removidas sem fratura do osso adjacente, pois elas se encontravam unidas ao tecido ósseo de forma extremamente firme, devido à neoformação e a posição de osso sobre a

carcaça das câmeras confeccionadas em titânio. Estudos seqüenciais em animais provaram que, respeitando-se condições biológicas e seguindo protocolo cirúrgico adequado, observava-se neoformação e a posição óssea sobre diversas formas de implantes de titânio, como parafusos, placas e pinos.

Atualmente, a grande maioria dos implantes utilizados segue os princípios de Bränemark com o objetivo de conseguir a osseointegração entre a superfície dos implantes e o osso receptor. Com a utilização dos implantes, surgiu um novo conceito de ancoragem ortodôntica, denominado ancoragem esquelética a qual não permitiu a movimentação da unidade de reação [LEE *et al.* 2001]. Segundo Silva (2002), a implantodontia colaborou com a ortodontia, fornecendo a ancoragem para que os tratamentos ortodônticos se tornassem mais rápidos, eficazes e previsíveis. Os mesmos preencheram os espaços edêntulos que, por vezes, os pacientes apresentavam devido a agenesias, perda de dentes, ou, desarmonias dos maxilares. Araújo *et al.* (2006) preconizaram que as cargas ortodônticas de natureza contínua, unidirecional e de menor magnitude não seriam capazes de gerar atividade osteolítica na interface óssea do implante, sendo que a ausência de movimentação destes sistemas permite mais permeabilidade de tratamento complexo, independente da cooperação do paciente e que a ancoragem deveria ser proporcionada por um sistema versátil, biocompatível, de tamanho reduzido, baixo custo e de fácil utilização por parte do profissional. Por outro lado à ortodontia colaborou com a implantodontia ao mover raízes tornando possível a colocação de implante em locais onde tal não seria possível. Gray *et al.* (2000), afirmaram que os mini-implantes deveriam ser de tamanho reduzido, confortável, biocompatível e pudessem receber carga imediata. Segundo Silva & Peres (2002) os implantes podem ser subdivididos em dois grupos, os indiretos e os diretos. No caso de implantes diretos eles mostraram a necessidade de uma reabilitação protética, pois sua localização seria de importância extrema. Para a utilização dos implantes diretos, como a posição dos dentes alterados com o tratamento ortodôntico a determinação do local a implantar poderia obrigar a realização de um "set-up" que simulasse a situação prevista para o final do mesmo [FAVERO, BROLLO & BRESSAN, 2002].

Silva *et al.* (2002) protagonizaram que dimensão reduzida dos mini-implantes, quando comparadas com as do implantes convencionais, é devido ao fato que, as forças ortodônticas são menores que as da mastigação e que elas são contínuas variando de 30 a 205g mastigação e que forças de 400g são consideradas forças ortopédicas e perfeitamente suportadas pelos implantes do tipo indireto, apesar das suas dimensões

reduzidas. Segundo Miywaki *et al* (2003) o sistema de mini-implante deveria ser de baixo custo, simples de colocar e remover, tamanho reduzido e receber carga imediata. Fritz *et al*, (2004), relataram que os mini-implantes além de serem confortáveis e biocompatíveis deveriam ser de fácil utilização pelos ortodontistas. Favero, Brollo e Bressan (2002), em estudo afirmam que, vários materiais foram utilizados na fabricação de fixações dos mini-implantes (porcelana, materiais reabsorvíveis, vitallium, titânio), sendo que os mais utilizados são os de porcelana e titânio.

1.5 - Fundamentos das Técnicas de Fluorescência de Raios X

As técnicas analíticas baseadas em fluorescência de raios X consistem na detecção dos raios X característicos emitidos pela amostra, após sua excitação por uma fonte de radiação gama ou por um feixe de raios X. Quando um feixe de raios X ou radiação gama incide na matéria pode ocorrer interação por efeito fotoelétrico, no qual um fóton é completamente absorvido pelo átomo do material e um elétron é ejetado, deixando uma vacância (Figura 7).

Para provocar a emissão do elétron do átomo é necessário ceder ao átomo uma energia maior que a energia de ligação. O valor da energia de ionização é calculada de modo aproximado a partir da Teoria Atômica de Bohr para o átomo de hidrogênio e dos experimentos de Moseley, conforme a equação 1 [EISBERG; RESNICK, 1979]:

$$E = \frac{[13,65 * (Z - b)^2]}{n^2} \text{ (eV)} \quad (1)$$

onde Z é o número atômico do elemento em estudo; n é o nível de energia; b é a constante de Moseley, com valores iguais a 1,0 e 7,4 para as camadas K e L, respectivamente.

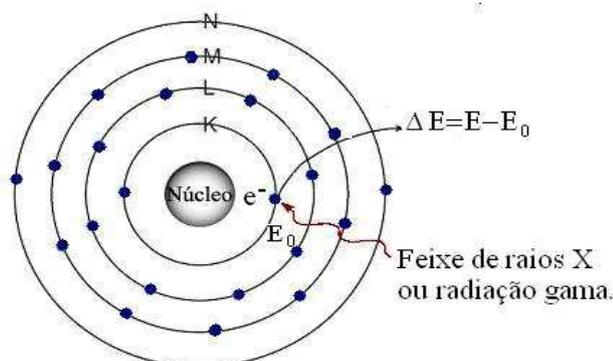


Figura 7: Esquema do efeito fotoelétrico no qual o elétron ganha energia suficiente para sair do átomo.

O átomo que agora se encontra em estado excitado, retorna ao seu estado fundamental através da transição dos elétrons dos níveis mais externos para os níveis internos, ocupando o espaço vazio de menor energia, conforme esquema da Figura 8.

A diferença de energia da transição do elétron da camada mais externa para a camada mais interna é característica de cada átomo e é igual à diferença entre as energias de ligação entre as camadas inicial e fina

$$E_x = E_i - E_f \quad (2)$$

onde E_x é a energia dos fótons de raios X emitidos; E_i é a energia de ligação do elétron na camada inicial; E_f é a energia de ligação do elétron na camada final.

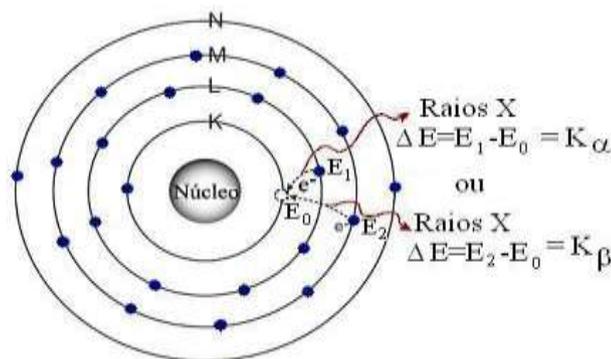


Figura 8: Esquema da desexcitação do átomo e produção de raios X característicos.

Como resultado, desta transição, pode ocorrer uma liberação de energia na forma de um fóton. Quando a energia deste fóton estiver na faixa de raios X, então, é denominado de raios X característico. Dependendo do tipo de átomo, as transições eletrônicas entre as camadas mais internas (K, L e M) podem resultar na emissão de diferentes raios X característicos. A figura 9 mostra o esquema de transição dos níveis de energia em um dado átomo.

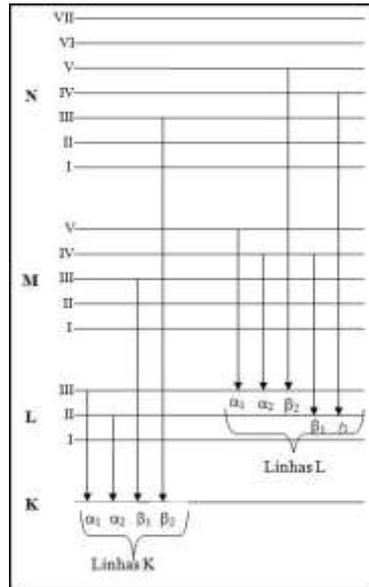


Figura 9: Esquema dos níveis de energia de um átomo [KNOLL, 2000].

Portanto, quando um elétron sofre transição da camada L para a camada K, tem-se a formação de linhas de emissão de raios X característicos K_{α} . Se a transição for da camada M para a camada K, têm-se linhas de emissão de raios X característicos K_{β} . Similarmente, originam-se as linhas de emissão de raios X característicos L_{α} e L_{β} através de uma transição eletrônica da camada M e N, respectivamente, para a camada L. As letras gregas α , β e γ são usadas para designar a ordem da intensidade dos raios X provenientes de uma determinada camada excitada. A radiação correspondente à denominação β será sempre de menor probabilidade de ocorrência e maior energia que a denominação α e a transição γ terão menor probabilidade de ocorrência e será mais energética que a transição β . Os sub-índices 1, 2 e 3 indicam a transição entre as subcamadas [KNOLL, G.F., 2000].

Segundo Tertian & Claisse (1982), o rendimento da fluorescência pode ser definido como o número de fótons de raios X emitidos em relação ao número de lacunas geradas, sendo dependente do número atômico do elemento e da transição envolvida. A Figura 10 mostra a variação do rendimento de fluorescência das camadas K, L e M em função do número atômico. Observa-se pela curva que os átomos de número atômico menor que 20 têm menor rendimento de fluorescência de raios X do que os elementos de maior número atômico. Os elementos de número atômicos menores que 60 possuem baixo rendimento para a camada L. A camada M praticamente possui um baixo rendimento para todos os elementos.

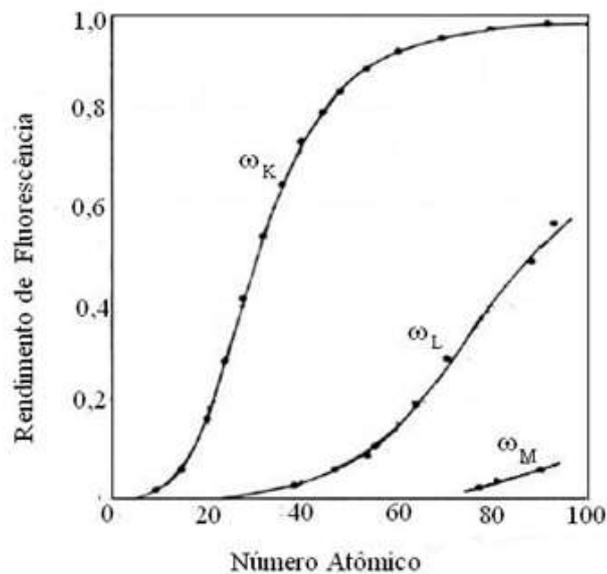


Figura 10: Rendimento de fluorescência das camadas K (ω_K), L (ω_L) e M (ω_M) em função do número atômico. [TERTIAN & CLAISSE, 1982].

1.6-Técnicas de Fluorescência de Raios X

A identificação dos raios X característicos pode ser feita através da dispersão por comprimento de onda (WD-XRF - *wave length dispersive X-Ray fluorescence*) ou por dispersão de energia (ED-XRF - *energy dispersive X-Ray fluorescence*). As intensidades medidas destes raios X característicos (números de fótons detectados por unidade de tempo) estão relacionadas com as concentrações dos elementos na amostra. Até 1966 somente a técnica de WD-XRF era utilizada [KNOLL, G.F., 2000]. Com o desenvolvimento dos detectores semicondutores de Si, que permitem discriminar os feixes de raios X em função da energia, foi possível o surgimento das técnicas ED-XRF. Dentro do campo da fluorescência de raios X por dispersão de energia existem várias formas além da convencional, cada qual busca aperfeiçoar a medida. Elas são denominadas de fluorescência de raios X por reflexão total (TXRF - *total reflection X-ray fluorescence*) e fluorescência com microfeixe (μ -XRF - *micro X-ray fluorescence*) [NASCIMENTO FILHO, V., 1999].

A seguir serão discutidas as principais propriedades de cada técnica.

1.7 - Princípio da Fluorescência de Raios X por dispersão de comprimento de onda

A técnica de fluorescência de raios X por dispersão de comprimento de onda (WD-XRF) que descreve a dispersão da radiação em uma rede cristalina se baseia na lei de Bragg. Nesta técnica utilizam-se cristais difratores e um detector proporcional ou cintilador sólido (NaI(Tl)). O primeiro detector é utilizado para energias na faixa de 1,0 a 15 keV e o segundo para energias na faixa de 15 a 100 keV.

Na técnica WD-XRF utiliza-se um cristal para efetuar a dispersão do feixe de raios X característicos emitidos pela amostra e, portanto, para a separação das energias do feixe. Como o comprimento de onda dos raios X é muito pequeno, a difração só é importante quando são difratadas pelos átomos de uma rede cristalina.

A difração ou reflexão de Bragg da radiação eletromagnética que incide em um cristal pode ser descrita pela seguinte equação:

$$n.\lambda = 2.d.\text{sen}\theta \quad (3)$$

Onde λ é o comprimento de onda dos raios X difratados (nm); d é a distância interplanar do cristal difrator (nm); θ é o ângulo entre a direção do feixe de raios X incidente e a superfície do cristal ou ângulo de incidência; n é o número inteiro ou ordem de difração (1,2,3...).

Para que a lei de Bragg seja satisfeita pode-se variar tanto o comprimento de onda λ quanto o ângulo θ durante o experimento. A Figura 11 mostra o arranjo básico do equipamento de WD-XRF, no qual para a realização das medidas o cristal analisador é girado de um ângulo θ , enquanto o detector é girado de um ângulo 2θ em relação ao feixe de raios X característico incidente no cristal.

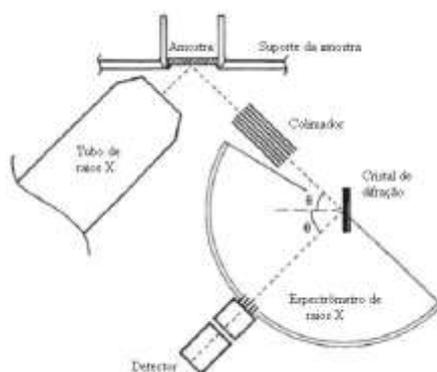


Figura 11: Representação esquemática do equipamento de fluorescência de raios X por dispersão por comprimento de onda [JANSSENS & van GRIEKEN, 2004].

Quando a condição de Bragg é satisfeita tem-se um pico no sinal do detector. Um espectro característico, obtido com um sistema de fluorescência por comprimento de onda, é mostrado na figura 12.

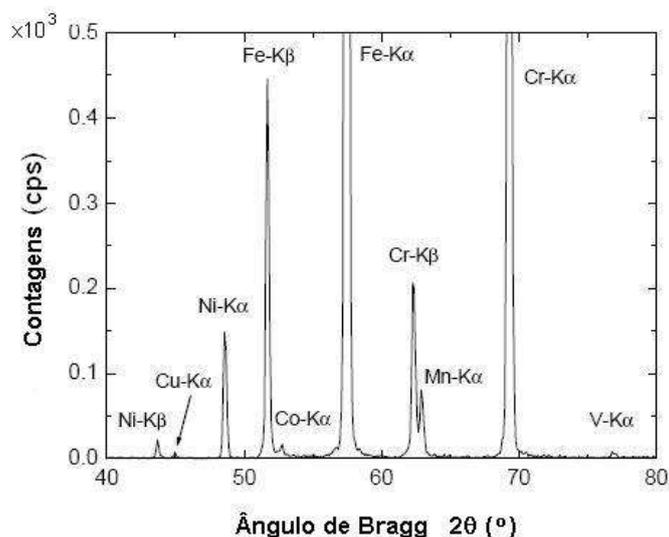


Figura 12: Espectro de emissão de raios X de uma amostra de aço inoxidável, obtido por difração de comprimento de onda [HORINO *et al.*, 2003].

Um goniômetro é usado para manter a relação $\theta/2\theta$ entre a amostra e o cristal / detector. Vários cristais são utilizados para que se possa efetuar a análise de diferentes elementos. Geralmente em cada equipamento de WD-XRF, utilizam-se de 4 a 6 diferentes cristais com diferentes espaçamentos interplanares e dois diferentes colimadores, de modo a se obter um longo intervalo de análise dos elementos. Na Tabela , são apresentadas as características dos principais cristais utilizados na técnica de fluorescência de raios X.

Tabela 3: Características de cristais usados nos espectrômetros WD-XRF [JANSSENS & van GRIEKEN, 2004].

Cristal	Plano	2d (Å)	Linha - K	Linha L
Fluoreto de Lítio (LiF)	(220)	2.848	>Ti	> La
Fluoreto de Lítio (LiF)	(200)	4.028	>K	> Cd
Pentaeritritol (PET)	(002)	8.742	Al-K	-
LSMs	-	50-120	Be-F	-

Por exemplo, empregando um cristal analisador e uma amostra de Fe, a medida do feixe de raios X característicos, cuja energia é de 6,4keV ($\lambda = 0,194\text{nm}$), obtém-se o ângulo θ dado por:

$$\theta = \sin^{-1} \left(\frac{\lambda}{2d} \right) \quad (4)$$

Inserindo na equação 4 o valor do comprimento de onda λ do ferro e a distância interplanar d , obtém-se o ângulo entre os raios X incidentes e a superfície do cristal de $28^{\circ}50'$, logo $2\theta = 57^{\circ}40'$. Ao colocar o cristal nesta angulação apenas o elemento ferro é detectado.

Para analisar outros elementos, deve-se alterar o ângulo de incidência θ , mudando a faixa de detecção para outros valores de comprimentos de onda. Por exemplo, para analisar o elemento cobalto, que corresponde a uma energia de 6,92 keV ou um comprimento de onda igual a 0,179 nm, seguindo a lei de Bragg o ângulo θ deve ser igual a $26^{\circ}26'$. A Figura 13 mostra o valor do ângulo 2θ que o detector deve ser posicionado, para diferentes elementos.

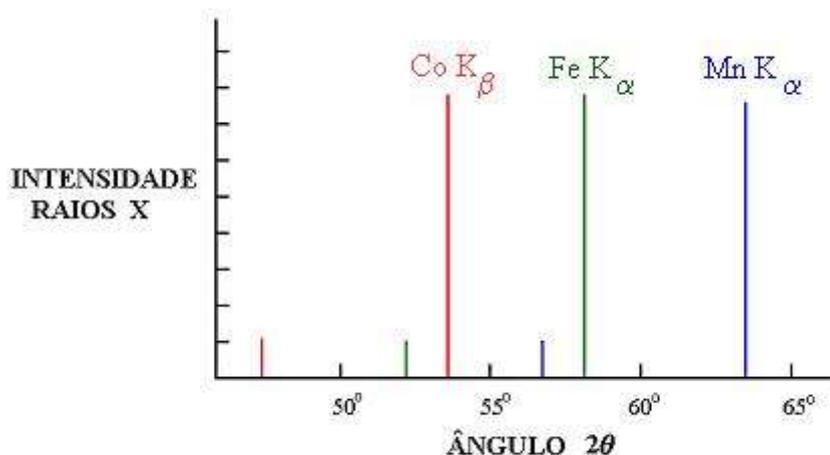


Figura 13: Ângulos (2θ) correspondentes aos elementos Co, Fe e Mn, no qual o detector deve ser posicionado [NASCIMENTO FILHO, V., 1999].

Como visto no sistema WD-XRF, a separação dos fótons de raios X é feita através da movimentação do cristal de difração, não sendo necessário um detector de alta resolução que discrimine os comprimentos de onda ou as energias dos raios X emitidos pelos vários elementos da amostra. Esse detector deve ter um baixo tempo morto e por isso normalmente se utiliza um detector proporcional ou cintilador sólido e não um detector Geiger-Müller [NASCIMENTO FILHO, V., 1999].

1.8 – Análise por Fluorescência de Raios X por dispersão de energia

A técnica de fluorescência de raios X por dispersão de energia foi desenvolvida na década de 70, a partir do surgimento dos detectores semicondutores. Nesta técnica, as radiações características de todos os elementos de uma amostra são registradas por um detector, produzindo um pulso cuja amplitude é proporcional à energia da radiação emitida pela amostra. Com o auxílio de um sistema analisador multicanal é possível separar os pulsos pela sua amplitude, obtendo-se assim um espectro em função da energia de radiação incidente no detector. Ao contrário da WD-XRF, um equipamento de ED-XRF não possui partes móveis. Neste sistema o próprio detector funciona como um agente dispersivo da energia da radiação.

A resolução do sistema ED-XRF depende do detector utilizado, que em geral varia de 150 a 600eV [JANSSENS & van GRIEKEN, 2004]. A Figura 14 mostra um sistema XRF por dispersão de energia. A amostra localiza-se no centro dos eixos e a uma distância fixa do detector e da fonte radioativa gama ou feixe de raios X.

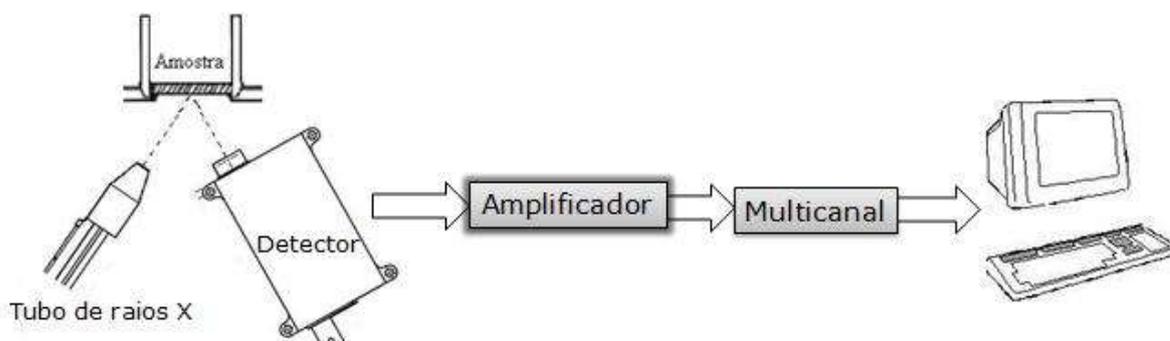


Figura 14: Sistema de fluorescência de raios X por dispersão de energia.

A Figura 15 mostra a resolução dos diferentes tipos de detectores que podem ser utilizados para medidas de feixes de raios X. Observa-se pelo gráfico que o semicondutor de Si (Li) é o detector que apresenta melhor resolução, razão pelo qual é o mais utilizado em estudos de fluorescência de raios X por dispersão de energia.

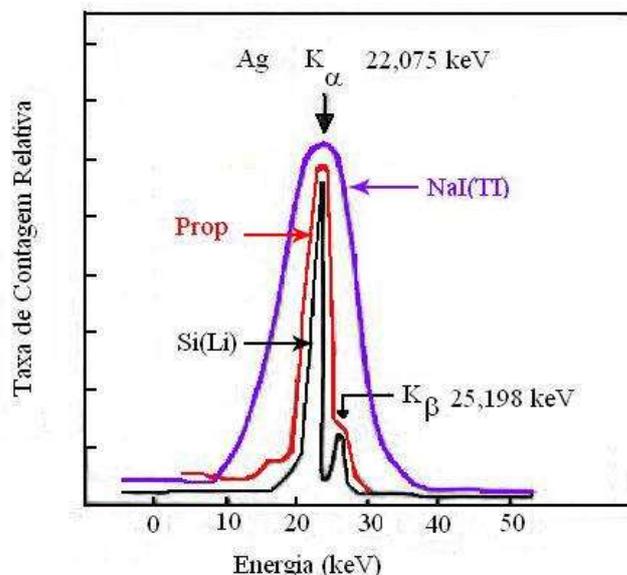


Figura 15: Resolução de alguns detectores para os raios X característicos emitidos pela prata [KNOLL, G.F., 2000].

1.9 - Parâmetros Fundamentais da técnica de ED-XRF

Alguns parâmetros podem afetar o resultado final das medidas realizadas pela técnica de ED-XRF entre os quais destacam-se a tensão e a corrente do tubo de raios X ou a atividade da fonte de excitação. A absorção da radiação pela amostra pode resultar na diminuição ou no aumento da intensidade dos picos. De maneira geral, quanto menor o caminho percorrido pelos raios X em direção a amostra, menor a probabilidade de influência e mais fácil será a interpretação dos dados do espectro [KNOLL, G.F., 2000].

Sabe-se também que os raios X característicos que são emitidos pela amostra podem interagir com o ambiente antes de atingirem o detector. Por isso linhas características de baixas energias são difíceis de serem determinadas através da fluorescência. Assim, tanto o detector quanto o tubo de raios X devem estar localizados o mais perto possível da amostra, de modo a reduzir as perdas por absorção da radiação no ar. Uma maneira de reduzir a absorção é posicionar o detector sob um determinado ângulo entre 30° e 60° em relação ao tubo de raios X. O ângulo de incidência do detector usualmente adotado é de 45°, ocorrendo refração do feixe incidente. A Figura 16 mostra o esquema da ED-XRF [KNOLL, G.F., 2000].

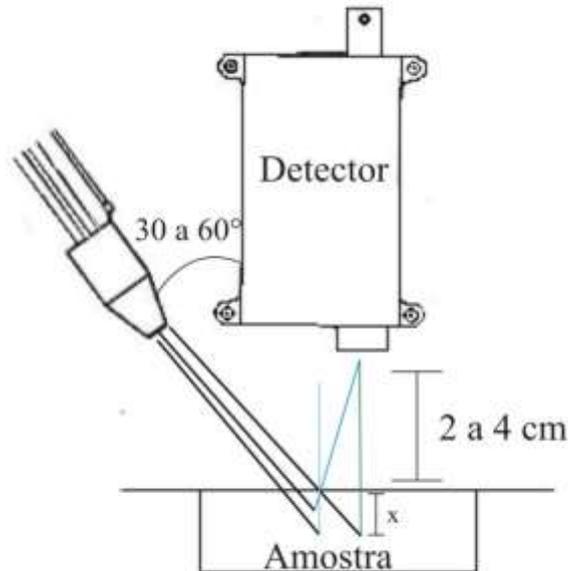


Figura 16: Esquema da técnica ED-XRF [KNOLL, G.F., 2000]

Segundo Tertian & Claisse (1982), a probabilidade da radiação incidente atingir uma profundidade x da amostra é dada por:

$$P_1 = e^{-\frac{\mu_0 \rho_0 x}{\sin \theta_0}} \quad (5)$$

onde μ_0 é o coeficiente de absorção de massa da matriz ($\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$) na energia dos fótons incidentes, calculado como a somatória dos produtos dos coeficientes de absorção de massa pela fração em massa de todos os elementos presentes na amostra; ρ_0 é a densidade da matriz ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$); θ_0 é o ângulo de incidência entre a direção do feixe incidente e a superfície da amostra.

Por outro lado, a probabilidade de emissão de fótons dos raios X característicos da linha K emitidos por uma amostra é dada por:

$$P_2 = \tau \cdot \omega \cdot \left(1 - \frac{1}{j}\right) \cdot f \cdot \rho \cdot dx \quad (6)$$

onde τ é o coeficiente de absorção de massa ($\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$) para efeito fotoelétrico do elemento de interesse na energia de excitação; ω é o rendimento de fluorescência da camada K; j é a razão de salto entre as camadas ($L \rightarrow K$); f é a fração de fótons K

emitidos como raios $K\alpha$; ρ é a concentração do elemento de interesse em base por unidade de volume da camada dx ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$). A probabilidade dos fons de raios X característicos que não são absorvidos na espessura da amostra atingirem o detector é dada por:

$$P_3 = \varepsilon \cdot e^{-\frac{\mu \cdot \rho_0 x}{\text{sen} \theta}} \quad (7)$$

onde ε é a eficiência do detector; μ é o coeficiente de absorção de massa da matriz ($\text{cm}^2\cdot\text{g}^{-1}$); θ é o ângulo de emergência (entre a superfície da amostra e o eixo do detector). Assim, a intensidade fluorescente dI (ou a taxa de contagem) produzida pelo elemento de interesse contido na camada de profundidade dx pode então ser escrita como (NASCIMENTO FILHO, 1999):

$$dI = G \cdot P_1 P_2 P_3 = G \cdot e^{-\frac{\mu_0 \rho_0 x}{\text{sen} \theta_0}} \cdot \tau \cdot \omega \left(1 - \frac{1}{j}\right) \cdot f \cdot \rho \cdot dx \cdot \varepsilon \cdot e^{-\frac{\mu \rho_0 x}{\text{sen} \theta}} \quad (8)$$

onde G é uma constante de proporcionalidade, dependente da disposição geométrica do sistema de excitação-deteção, da corrente do tubo ou da atividade da fonte.

Esta última equação pode ser reescrita como:

$$dI = G \cdot e^{-\left(\frac{\mu_0}{\text{sen} \theta_0} + \frac{\mu}{\text{sen} \theta}\right) \cdot \rho \cdot x} \cdot \tau \cdot \omega \cdot \left(1 - \frac{1}{j}\right) \cdot f \cdot \rho \cdot \varepsilon \cdot dx \quad (9)$$

O coeficiente de absorção de massa total χ é definido como:

$$\chi = \frac{\mu_0}{\text{sen} \theta_0} + \frac{\mu}{\text{sen} \theta} \quad (10)$$

Definindo a variável K relacionada aos parâmetros fundamentais como:

$$K = \tau \cdot \omega \cdot \left(1 - \frac{1}{j}\right) \cdot f \quad (11)$$

Utilizando-se as expressões 10 e 11, pode-se reescrever a Equação 9 na forma:

$$dI = G \cdot \varepsilon \cdot K \cdot e^{-\chi \cdot \rho_0 x} \cdot \rho dx \quad (12)$$

Integrando a equação acima sob a espessura total D da amostra, obtém-se a intensidade fluorescente I (contagens.s⁻¹) para um dado elemento de interesse:

$$I = \frac{G \cdot \epsilon \cdot K \cdot \rho}{\lambda \cdot \rho_0} (1 - e^{-\lambda \cdot \rho_0 \cdot D}) \quad (13)$$

A razão ρ/ρ_0 representa a densidade do elemento de interesse em relação à densidade da matriz e, portanto, é a própria concentração C do elemento de interesse. Então temos:

$$I = \frac{G \cdot \epsilon \cdot K \cdot C}{\lambda} \cdot (1 - e^{-\lambda \rho_0 \cdot D}) \quad (14)$$

Sabendo-se que S é a sensibilidade do espectrômetro de raios X para o elemento de interesse e que está relacionada aos parâmetros fundamentais K e à eficiência de detecção ϵ , através de uma constante elementar independente chamada de fator de geometria G, S é dada por:

$$S = G \cdot \epsilon \cdot K \quad (15)$$

É importante lembrar que o fator de geometria deve permanecer constante para todas as energias e desse modo pode-se obter um fator de geometria médio, a ser utilizado posteriormente nas análises quantitativas.

Pode-se reescrever a equação 14 da seguinte forma:

$$I = \frac{SC}{\lambda} \cdot (1 - e^{-\lambda \rho_0 \cdot D}) \quad (16)$$

A razão apresentada na equação abaixo é denominada de fator de absorção “A”:

$$A = \frac{(1 - e^{-\lambda \rho_0 \cdot D})}{\lambda} \quad (17)$$

Então a equação que relaciona a intensidade de raios X característicos com sua concentração em uma determinada amostra é dada por:

$$I = S \cdot C \cdot A \quad (18)$$

onde S é a sensibilidade do espectrômetro de raios X definida na Equação 15, C é concentração do elemento de interesse obtida pela razão P/ρ_0 e A é o fator de absorção fornecido na equação 17 [TERTIAN & CLAISSE, 1982].

1.10 - Técnica de fluorescência por reflexão total

A análise de fluorescência de raios X por reflexão total (TXRF) e a ED-XRF possuem o mesmo fundamento. A diferença está no ângulo de incidência que os raios X fazem com a superfície da amostra. Quando um feixe de radiação atinge uma superfície plana de um dado material, pode ocorrer refração ou reflexão dependendo do valor do ângulo de incidência. A ocorrência de um outro processo dependerá da energia da radiação incidente, da densidade eletrônica do material e do ângulo de incidência da radiação. Desse modo, há um ângulo, denominado ângulo crítico ϕ_{crit} , dado pela lei de Snell, em que a radiação não é refratada e nem refletida, permanecendo no plano da superfície [HALLIDAY *et al.*, 2006]:

$$\phi_{crit} = \frac{e \cdot h}{E} \sqrt{\frac{n_e}{2 \cdot \pi \cdot m}} \quad (19)$$

onde e é a carga elétrica do elétron; h é a constante de Planck; E é a energia da radiação em J; n_e é a densidade eletrônica do material em elétrons.m⁻³; m é a massa do elétron.

A densidade eletrônica do material n_e é dada pela equação:

$$n_e = \frac{N_0 \cdot \rho \cdot Z}{A} \quad (20)$$

onde N_0 é o número de Avogadro; ρ é a densidade do material em kg.m⁻³; Z é o número atômico efetivo; A representa o átomo-grama ou molécula-grama do material em kg.mol⁻¹.

Assim, através da equação 19, pode-se chegar ao ângulo crítico de cada elemento. Por exemplo, para os raios K_α do Cu, ϕ_{crit} é igual a 13,8 minutos. Então, se um feixe monoenergético de energia equivalente a linha K_α do Cu incidisse sobre o quartzo com um ângulo de incidência maior que 13,8, ocorreria refração e com um ângulo menor, reflexão, conforme mostra Figura 17.

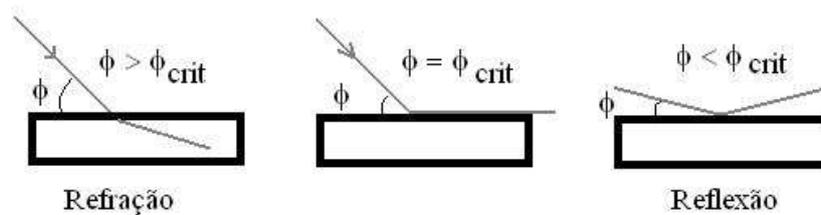


Figura 17: Esquema da refração e reflexão de um feixe de radiação monoenergético em função do ângulo de incidência [HALLIDAY et al., 2006].

Devido à reflexão, os picos de espalhamento incoerente e coerente são bastante reduzidos no espectro produzido pelo detector, mesmo quando colocado o mais próximo possível da amostra. Assim, a distância entre o suporte da amostra e a janela do detector é da ordem de 5,0mm. Além disso, o ângulo de incidência da radiação de excitação em relação à superfície da amostra deve ser entre 0,08 a 0,25 graus. A Figura 18 (a) e (b) mostra o sistema de TXRF.

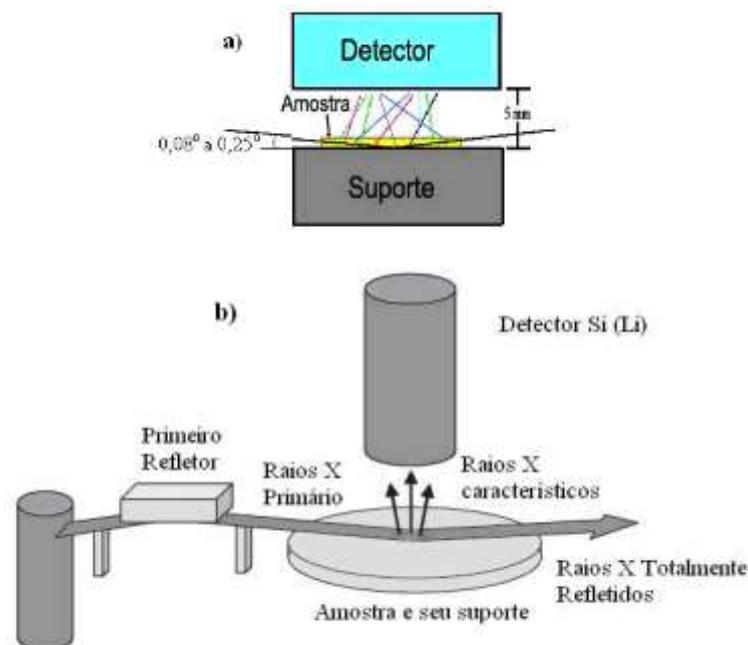


Figura 18: (a) Esquema da geometria de Fluorescência de raios X por Total Reflexão [NASCIMENTO FILHO, 1999]; (b) Representação de um sistema [JANSSENS & Van GRIEKEN, 2004].

A TXRF possibilidade aplicações em amostras sólidas e líquidas e a análise de elementos traços, o que não ocorre na fluorescência de raios X tradicional. Como possui uma menor distância amostra-detector produz uma maior eficiência de detecção dos raios X. A grande desvantagem desta técnica é a impossibilidade de analisar amostras

espessas, o que não permite sua aplicação nas áreas arqueológicas e geológicas. A diferença entre ED-XRF e TXRF é a geometria, ou seja, o ângulo crítico.

CAPITULO II – MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 – Introdução

Para este estudo foram utilizados um total de 21 pinos de implantes dentários, que não sofreram osseointegração, coletados em cursos e clínicas, de diferentes fabricantes: Bionnovation, Neodent, Pec-Lab e SIN. Além destes implantes, foram também analisados pinos testemunhas (grupo de controle) adquiridos destes mesmos fabricantes.

Juntamente com Bionnovation, Neodent e Sin, a Conexão forma o quarteto dos fabricantes de implantes nacionais com maior número de vendas no mercado. Por isso, a Conexão teve também um implante testemunha analisado apesar de não ter nenhum dos implantes perdidos (não osseointegrados) com sua marca, deixando assim este trabalho mais completo possível.

A figura 19 e a tabela 4 mostram a distribuição dos pinos estudados. As medidas foram realizadas no Laboratório de Metrologia das Radiações Ionizantes do Departamento de Energia Nuclear da Universidade Federal de Pernambuco, utilizando a Fluorescência de Raios X por dispersão de energia.



Figura 19: Distribuição dos Implantes Dentários analisados

Tabela 4: Distribuição dos Pinos Estudados

Amostra N°.	Fabricante	Dimensão (mm)
01	NEODENT	3.75 X 11
02	SIN	3.25 X 13
03	PEC-LAB	3.4 X 13
04	PEC-LAB	3.2 X 14
05 (mini)	Não informado	2.3 X 11
06 (mini)	Não informado	2.3 X 11
07	NEODENT	4.50 X 11
08	NEODENT	5.0 X 11
09	NEODENT	3.75 X 11
10	BIONNOVATION	5.0 X 11.5
11	BIONNOVATION	3.3 X 13
12	BIONNOVATION	3.3 X 13
13	BIONNOVATION	3.75 X 8.5
14	BIONNOVATION	3.3 X 10
15	BIONNOVATION	3.3 X 11.5
16	BIONNOVATION	3.3 X 13
17	Não informado	3.75 X 10
18	Não informado	3.75 X 10
19	Não informado	3.75 X 10
20	Não informado	3.75 X 10
21	Não informado	3.75 X 10
22 – T	NEODENT	3.75 X 11
23 – T	NEODENT	3.75 X 11
24 – T	BIONNOVATION	3.75 X 11.5
25 – T	SIN	3.25 X 13
26 – T	PEC-LAB	3.4 X 13
27 – T	CONEXÃO	3,75 X 10

A amostragem poderia ter sido maior, porém alguns dentistas que receberam o ofício (Anexo I) com a solicitação de envio dos implantes fracassados, alegaram que ao entrarem em contato com a empresa fabricante, receberam a proposta de trocar aquele

implante “perdido” por um novo implante sem custo para realização de nova cirurgia naquele paciente. Assim, o profissional relatou que não ficando com o implante que fracassou por ter devolvido à empresa, não teria como colaborar com o estudo.

Por outro lado, alguns implantes enviados não receberam a anotação adequada pelo dentista sobre o fabricante daquele implante que foi instalado e não osseointegrou, e embora, tenha sido possível identificar alguns destes fabricantes não mencionados, ainda ficaram outros implantes sem identificação.

2.2 - Sistema de Fluorescência Raios X

O sistema de fluorescência de raios X por dispersão de energia (ED-XRF) utilizado é constituído de um tubo de raios X, um detector de Si, multicanal, um amplificador e um computador para aquisição de dados. O aparelho de raios X utilizado é de fabricação MOXTEK, modelo 40kV MAGNUM. Ele possui um alvo de tungstênio e pesa 450 gramas, seu comprimento é de 5,53cm e a largura de 2,86cm e possui um colimador de diâmetro 0,16cm e o tubo de raios X pode operar até 40 kV e 100 μ A. A

Figura 20 mostra o tubo de raios X e seu sistema de controle através do qual ele é acionado é demonstrado na Figura 21.

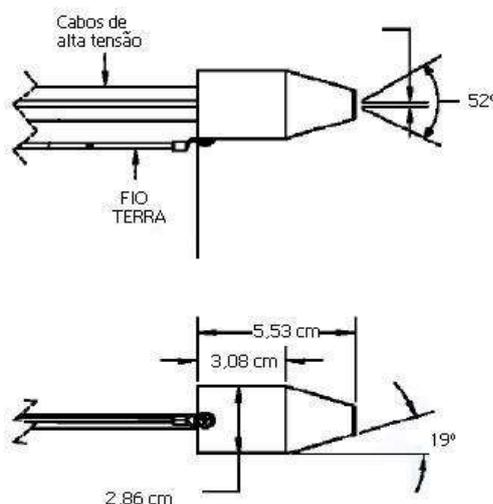


Figura 20: Dimensões do tubo de raios X – Moxtek - 40kV Magnum [MOXTEK INC, 2008].



Figura 21: Controle e Tubo de Raios X de fabricação MOXTEK [MOXTEK INC, 2008].

O detector utilizado foi o XR-100CR, Si-PIN da AMPTEK. A área do detector é de 13 mm², com uma espessura de Silício de 300µm, a janela de berílio é de 12,5µm e a resolução de 204eV para uma energia de 5,9keV [AMPTEK INC., 2008a].

A Figura 22 apresenta o detector e seu amplificador com a fonte de alimentação. A saída do detector é acoplada ao multicanal Pocket MCA 8000A, também de fabricação da AMPTEK que permite o processamento digital de pulsos e aquisição dos dados em tempo real.



Figura 22: Detector XR-100CR, Si-PIN da AMPTEK c/ amplificador com a fonte de alimentação [AMPTEK INC., 2008^a]

A figura 23 mostra a montagem do sistema utilizado para este estudo e a figura 24 apresenta um exemplo do espectro de Ti obtido.

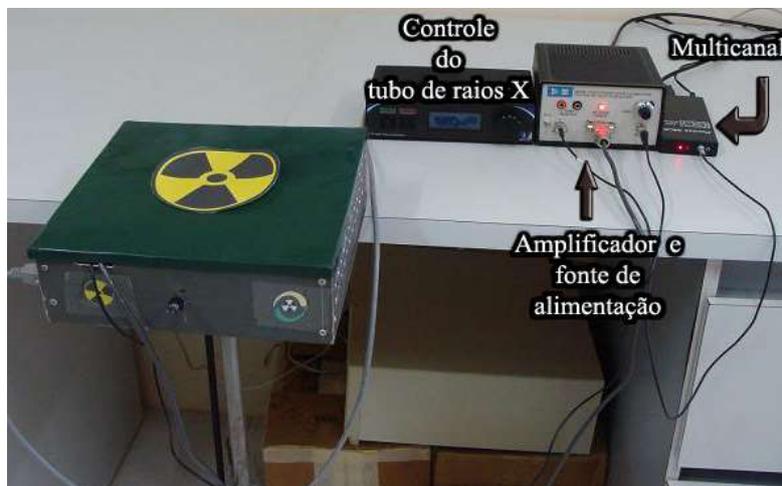


Figura 23 - Equipamento de ED-XRF Utilizado para este Estudo [KHOURY,2010]



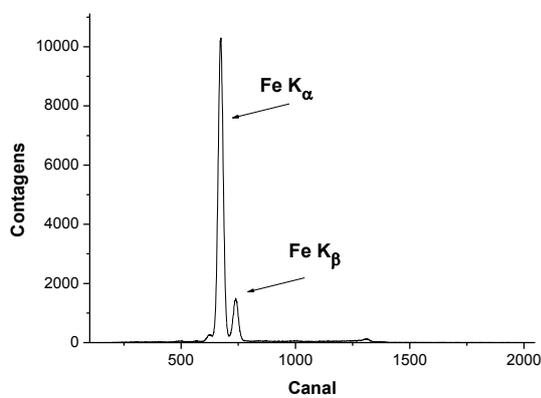
Figura 24: Espectro do Ti obtido no LMRI/UFPE

CAPITULO III - Resultados e Discussão

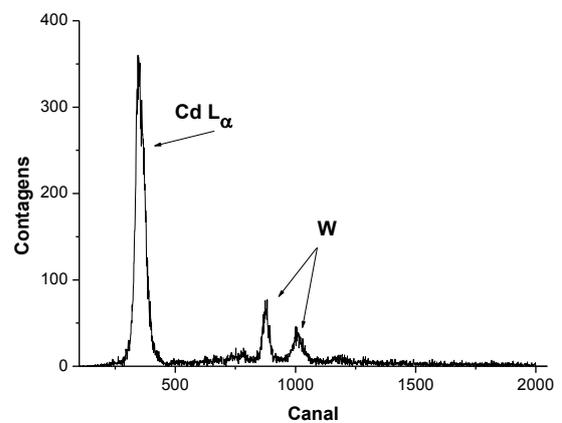
3.1– Calibração do Sistema de Fluorescência de raios X

Antes da utilização do sistema ED-XRF, foi necessário realizar um estudo sobre a geometria entre o detector, tubo de raios X e a amostra, e determinar a curva de calibração. Com o estudo de geometria concluído foi realizada a calibração do sistema

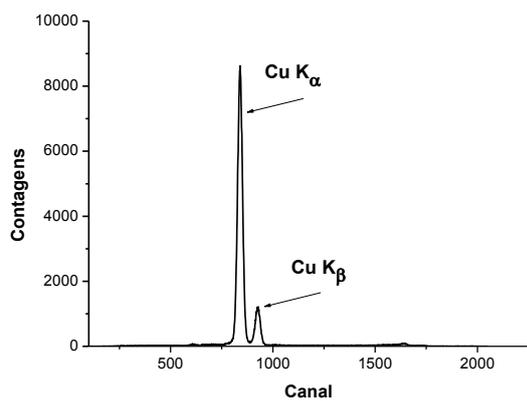
para obter a relação entre o fotopico e a energia de radiação. Portanto, o espectro de fluorescência de raios X de amostras metálicas com elementos conhecidos foi obtido utilizando o tubo de raios X operando com uma tensão de 30 kV e corrente de 5 μ A e um tempo de aquisição de 240s. Os elementos metálicos analisados foram: cádmio, cobre, chumbo, ferro, estanho e zinco. A Figura 25 a seguir, mostra os espectros de fluorescência de raios X obtidos.



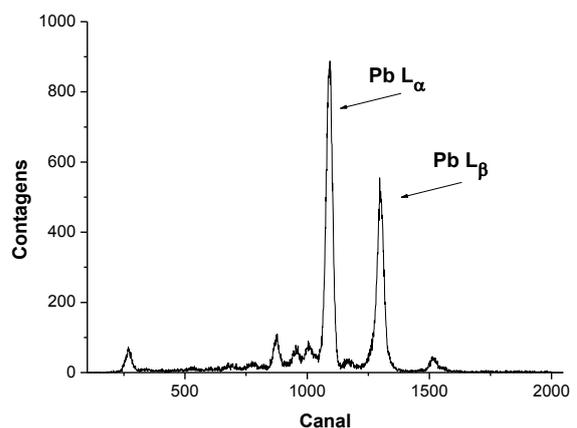
(a)



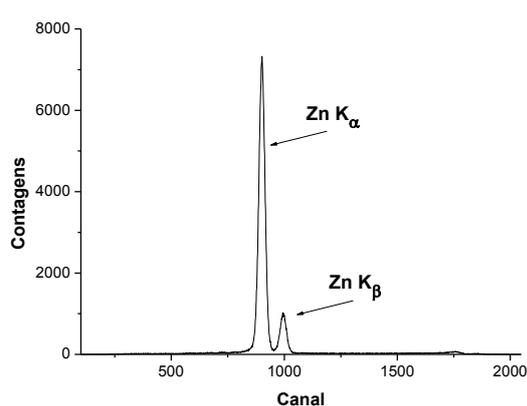
(b)



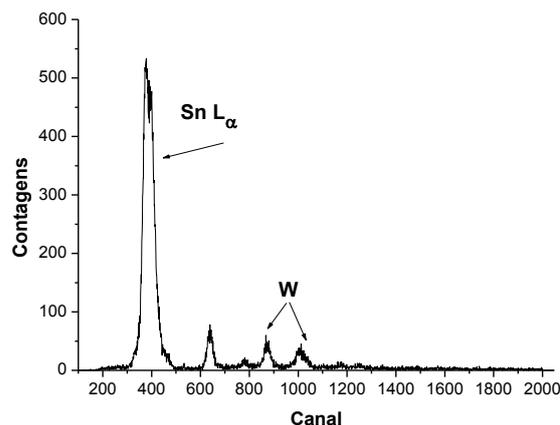
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 25: Espectros de fluorescência de raios X das placas metálicas (a) ferro; (b) cádmio; (c) cobre; (d) chumbo; (e) zinco; (f) estanho [KHOURY, 2010].

Os espectros dos raios X característicos obtidos foram analisados com o programa AXIL (Analysis of X-Ray spectra by Interactive Least squares fitting). Este programa é um pacote do software QXAS (Quantitative X-Ray Analysis System), desenvolvido pela Agência Internacional de Energia Atômica (IAEA) para análise de espectros de raios X. Através do AXIL foi possível determinar os picos sobrepostos, proporcionando uma melhor análise dos dados. A partir das energias correspondentes às linhas $K\alpha$, $K\beta$ e $L\gamma$ que são tabeladas [EG&G ORTEC, 1980] e apresentadas na tabela 5, foi possível relacionar o valor do canal do fotopico de cada espectro com a energia dos raios X de fluorescência. A partir destes dados foi construída a curva de calibração do sistema.

Elemento	Linha	Energia (keV)	Canal
Cádmio (Cd)	$L\alpha$	3,133	329
Estanho (Sn)	$L\alpha$	3,443	363
Ferro (Fe)	$K\alpha$	6,398	659
Ferro (Fe)	$K\beta$	7,057	724
Cobre (Cu)	$K\alpha$	8,040	825
Cobre (Cu)	$K\beta$	8,904	914
Zinco (Zn)	$K\alpha$	8,630	886
Zinco (Zn)	$K\beta$	9,570	979
Chumbo (Pb)	$L\alpha$	10,550	1078
Chumbo (Pb)	$L\beta$	12,612	1282
Chumbo (Pb)	$L\gamma$	14,762	1497

Tabela 5: Elementos e suas relações de energia/canal [EG&G ORTEC, 1980].

A Figura 26 mostra a curva de calibração obtida. Pelos dados observa-se a linearidade entre o valor da energia da radiação e o canal do analisador multicanal.

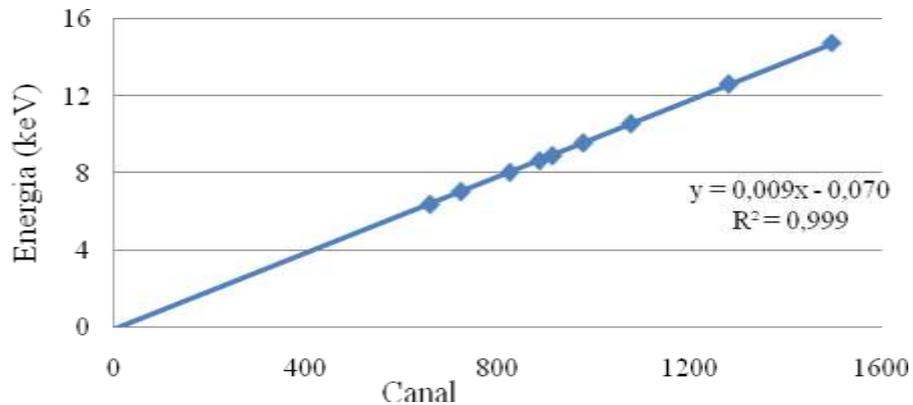


Figura 26: Curva de Calibração do Sistema de ED-XRF.

Devido à geometria entre a amostra e o detector e o fato de não existir vácuo nesta região, fótons com energias inferiores a 2,0 keV não são detectados, pois são absorvidos na camada de ar entre a amostra e o detector. Ou seja, os elementos de número atômico (abaixo do fósforo) que emitem raios X característicos de energia inferior a 2,0 keV não são detectados pelo sistema utilizado.

Com o sistema devidamente calibrado foi possível fazer as medidas de fluorescência de raios X por dispersão de energia nas amostras dos implantes odontológicos, avaliando assim a relação das impurezas, caso existam, com a não osseointegração destes implantes. As medidas foram realizadas em duas geometrias, como mostradas nas figuras 27a e 27b.

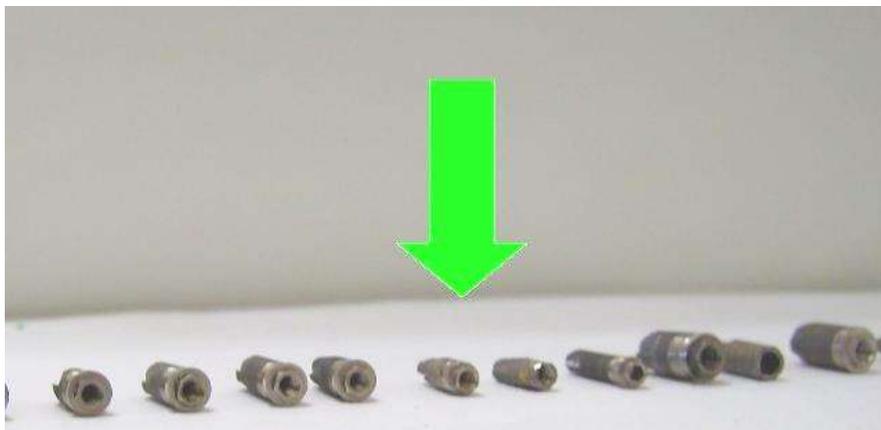


Figura 27a: Incidência do Feixe na Posição 01

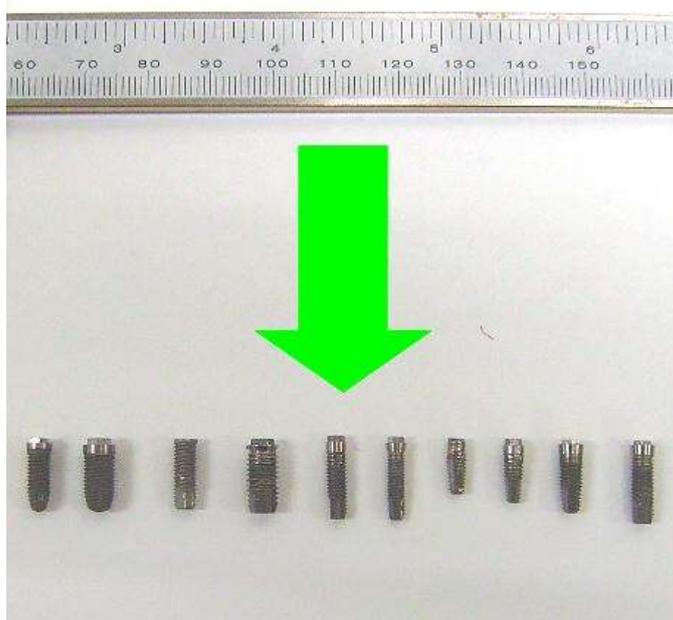


Figura 27b: Incidência do Feixe na Posição 02

3.2 - Determinação dos Espectros da Fluorescência de raios X (XRF)

Os espectros obtidos nos dois pontos de medida, de cada pino estão apresentados a seguir. Com base na curva de calibração foi possível identificar as energias correspondentes aos fotopicos. A partir dos espectros e dos dados tabelados das energias dos raios X característicos da linha K [EG&G ORTEC, 1980] foi possível identificar os elementos presentes nas amostras analisadas. Os espectros foram analisados utilizando-se o programa AXIL e, então, foram determinadas as áreas de cada fotopico.

Nas tabelas 6 e 7 são apresentados os valores médios das áreas dos picos, (posição 01 e 02) resultante de cinco medições de fluorescência de raios X com um tempo de aquisição de 10 minutos. O símbolo < lançado para alguns elementos nas tabelas significa que os mesmos apresentaram concentração inferior à aquela que o aparelho pode detectar.

Tabela 6: Valores médios das áreas e desvio padrão dos picos dos elementos constituintes dos pinos (posição 01, $\Delta t=10$ min).

Elemento químico	Energia $K\alpha$ (keV)	Amostra 01	Desvio padrão	Amostra 02	Desvio padrão	Amostra 03	Desvio padrão
Ca	3.313	172	37	925	41	<	-
Ti	4.509	133141	419	150973	450	96214	317
Cr	5.412	265	10	<	-	<	-
Fe	6.399	349	27	469	25	107	16
Ni	7.513	<	<	<	-	<	-
W	11.33	442	22	447	23	297	19

Elemento químico	Energia $K\alpha$ (keV)	Amostra 04	Desvio padrão	Amostra 05	Desvio padrão	Amostra 06	Desvio padrão
Ca	3.313	<	-	777	50	163	44
Ti	4.509	113463	278	181412	518	161628	474
Cr	5.412	<	-	<	-	<	-
Fe	6.399	255	21	701	31	402	26
Ni	7.513	<	-	230	30	<	-
W	11.33	228	11	687	31	248	18

Elemento químico	Energia $K\alpha$ (keV)	Amostra 07	Desvio padrão	Amostra 08	Desvio padrão	Amostra 09	Desvio padrão
Ca	3.313	257	49				
Ti	4.509	124680	320	88251	311	82402	292
Cr	5.412	<	-	<	-	<	-
Fe	6.399	415	29	115	15	134	16
Ni	7.513	108	13	56	14	96	15
W	11.33	312	19	289	19	266	18

Elemento químico	Energia $K\alpha$ (keV)	Amostra 10	Desvio padrão	Amostra 11	Desvio padrão	Amostra 12	Desvio padrão
Ca	3.313	3613	92			256	54
Ti	4.509	225138	552	140876	412	115404	419
Cr	5.412	<	-	<	-	166	21
Fe	6.399	577	36	578	26	363	22
Ni	7.513	<	-	359	27	270	21
W	11.33	906	33	594	28	264	23

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 13	Desvio padrão	Amostra 14	Desvio padrão	Amostra 15	Desvio padrão
Ca	3.313	866	69	172	39	457	61
Ti	4.509	128255	392	109039	393	259630	581
Cr	5.412	<	-	265	65	<	-
Fe	6.399	164	9	349	23	753	43
Ni	7.513	<		246	21	155	40
W	11.33	<		294	22	860	35

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 16	Desvio padrão	Amostra 17	Desvio padrão	Amostra 18	Desvio padrão
Ca	3.313	630	55	446	47	855	540
Ti	4.509	222440	567	196973	542	218440	490
Cr	5.412	115	117	<	-	<	-
Fe	6.399	575	36	524	33	<	-
Ni	7.513	575	36	<		<	
W	11.33	903	32	863	30	<	<

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 19	Desvio padrão	Amostra 20	Desvio padrão	Amostra 21	Desvio padrão
Ca	3.313	253	68	<	-	487	52
Ti	4.509	241079	563	263022	530	290609	611
Cr	5.412	<	-	<	-	<	-
Fe	6.399	684	40	640	41	306	33
Ni	7.513	<	<	114	37	<	
W	11.33	<	<	771	35	<	

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 22	Desvio padrão	Amostra 23	Desvio padrão	Amostra 24	Desvio padrão
Ca	3.313	244	53	<	-	47	6
Ti	4.509	240648	571	283722	550	282687	615
Cr	5.412	<	-	<	-	<	-
Fe	6.399	574	38	570	42	703	43
Ni	7.513	<		<		<	
W	11.33	<		<		<	

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 25	Desvio padrão	Amostra 26	Desvio padrão	Amostra 27	Desvio padrão
Ca	3.313	525	41	<	-	322	52
Ti	4.509	140973	450	283722	550	289545	712
Cr	5.412	<	-	<	-	<	-
Fe	6.399	669	25	207	16	208	47
Ni	7.513	<	-	570	42	<	
W	11.33	<	-	138	40	<	

Tabela 7: Valores médios das áreas e desvio padrão dos picos dos elementos constituintes dos pinos (posição 02, $\Delta t=10$ min)

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 01	Desvio padrão	Amostra 02	Desvio padrão	Amostra 03	Desvio padrão
Ca	3.313	<	-	291	22	<	-
Ti	4.509	34519	189	33651	184	56380	239
Cr	5.412	<	-	<	-	<	-
Fe	6.399	41	11	114	14	<	-
Ni	7.513	<	-	<	-		
W	11.33	<	-	331	13	273	16

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 04	Desvio padrão	Amostra 05	Desvio padrão	Amostra 06	Desvio padrão
Ca	3.313	112	36	58	12	<	-
Ti	4.509	2325	45	9542	98	4699	73
Cr	5.412	<	-	<	-	<	-
Fe	6.399	278	56	66	10	<	-
Ni	7.513	<	-	72	11	<	-
W	11.33	<	-	252	13	373	25

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 07	Desvio padrão	Amostra 08	Desvio padrão	Amostra 09	Desvio padrão
Ca	3.313	331	25	<	-	<	-
Ti	4.509	50767	119	80730	296	51671	237
Cr	5.412	<	-	<	-	<	-
Fe	6.399	138	12	81	16	119	14
Ni	7.513	39	11	59		<	-
W	11.33	512	28	359		<	-

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 10	Desvio padrão	Amostra 11	Desvio padrão	Amostra 12	Desvio padrão
Ca	3.313	463	48	<	-	242	21
Ti	4.509	144599	458	75804	293	20156	143
Cr	5.412	159	25	<	-	<	-
Fe	6.399	454	24	241	17	66	11
Ni	7.513	408	25	210	17	59	12
W	11.33	339	28	218	18	229	14

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 13	Desvio padrão	Amostra 14	Desvio padrão	Amostra 15	Desvio padrão
Ca	3.313	<	-	187	26	209	26
Ti	4.509	49990	231	54064	234	46772	217
Cr	5.412	<	-	60	43	<	-
Fe	6.399	72	12	113	16	86	14
Ni	7.513	<	-	12	12	<	-
W	11.33	<	-	206	15	199	14

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 16	Desvio padrão	Amostra 17	Desvio padrão	Amostra 18	Desvio padrão
Ca	3.313	260	37	<	-	145	13
Ti	4.509	120584	442	92953	310	121584	480
Cr	5.412	670	81	<	-	<	-
Fe	6.399	375	22	146	19	<	-
Ni	7.513	302	22	99	18	<	-
W	11.33	102	20	100	16	<	-

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 19	Desvio padrão (%)	Amostra 20	Desvio padrão (%)	Amostra 21	Desvio padrão (%)
Ca	3.313	<	-	<	-	<	-
Ti	4.509	38195	199	37766	311	31084	182
Cr	5.412			126	43	<	-
Fe	6.399	78	12	249	19	112	16
Ni	7.513	66	12	149	15	565	150
W	11.33	148	14	215	16	523	47

Elemento químico	Energia K α (keV)	Amostra 22	Desvio padrão	Amostra 23	Desvio padrão	Amostra 24	Desvio padrão
Ca	3.313	<	-	309	380	198	26
Ti	4.509	110219	287	116604	70	49872	317
Cr	5.412	<	-	396	23	<	-
Fe	6.399	187	18	<	-	96	14
Ni	7.513	<	-	<	-	<	-
W	11.33	431	41	16		419	42

Elemento Químico	Energia K α (keV)	Amostra 25	Desvio padrão	Amostra 26	Desvio padrão	Amostra 27	Desvio padrão
Ca	3.313	191	12	<	-	<	-
Ti	4.509	35451	192	57480	289	33334	152
Cr	5.412	<	-	<	-	<	-
Fe	6.399	118	14	<	-	222	16
Ni	7.513	<	-	396	23	328	123
W	11.33	<	-	216	21	343	78

As figuras 28, 29 e 30 apresentam as distribuições do Ti dos elementos estudados nas posições 01 e 02.

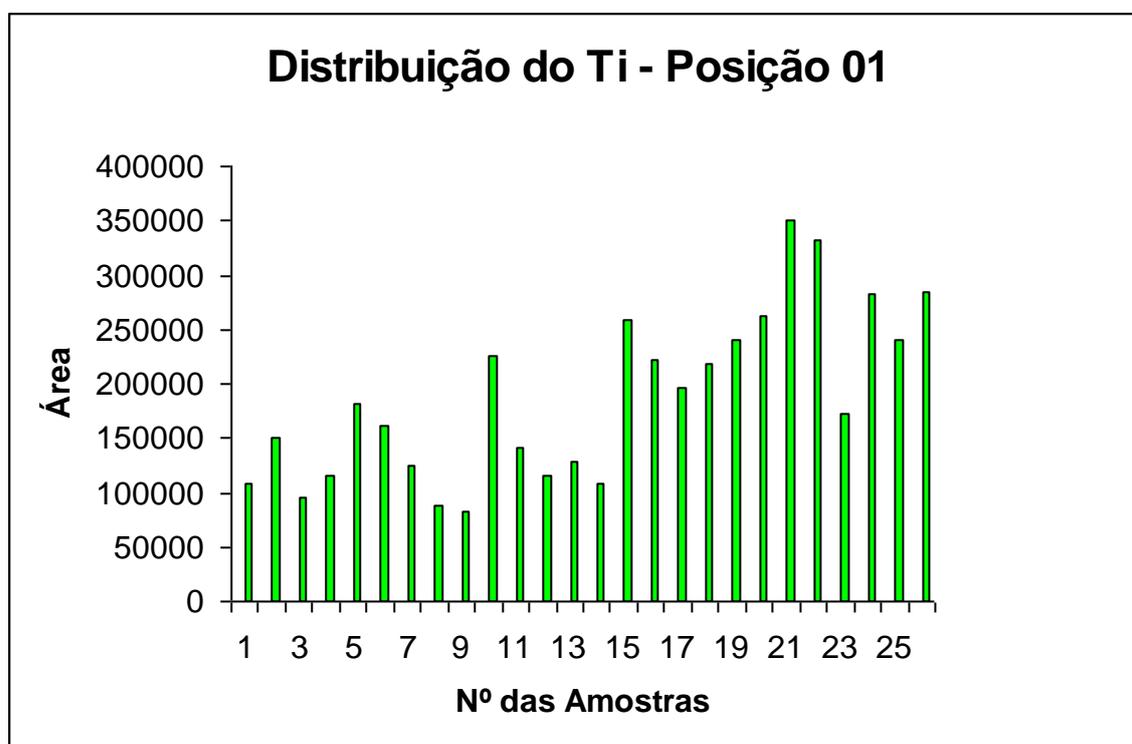


Figura 28 – Distribuição do Ti – Posição 01

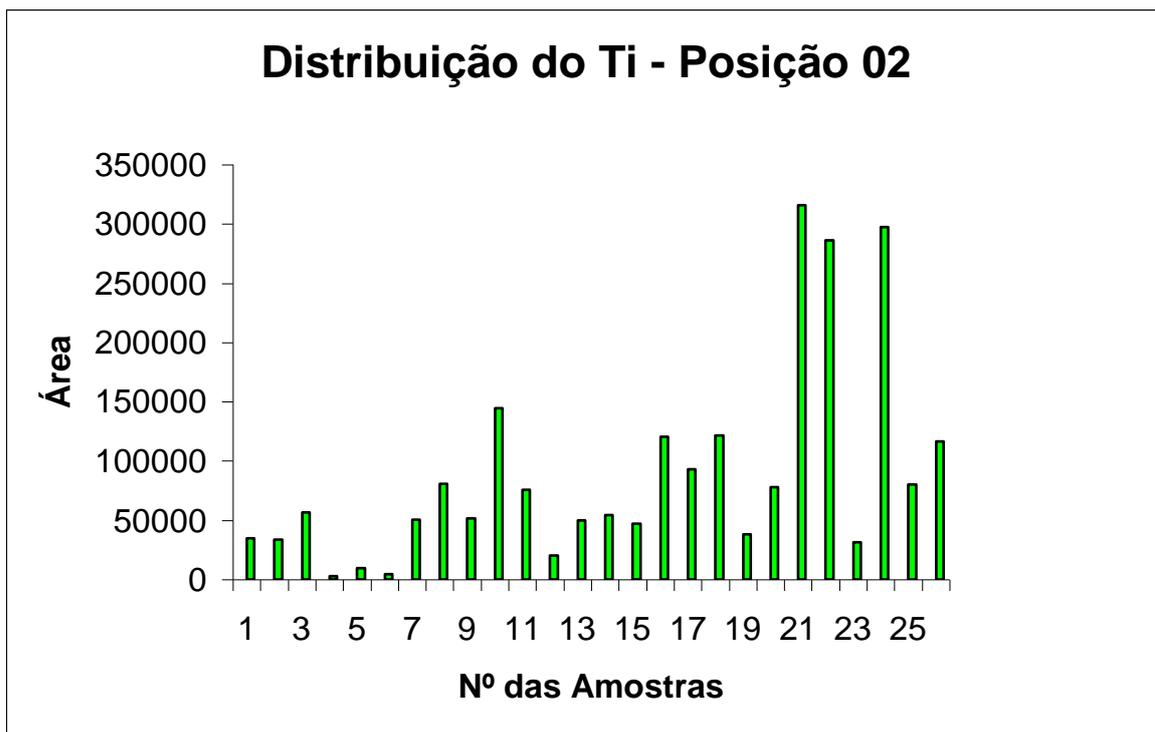


Figura 29 – Distribuição do Ti – Posição 02

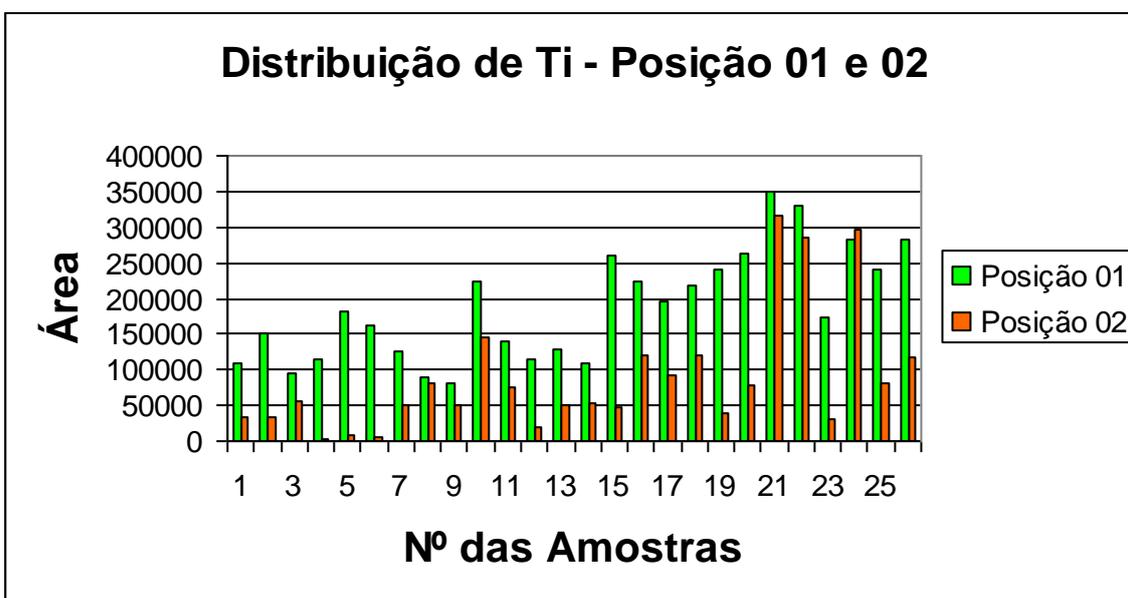


Figura 30 – Distribuição do Ti – Posição 01 e 02

A partir dos dados das tabelas 6 e 7, observa-se que todos os implantes, tanto na posição 01 como na posição 02, possuem 99% da sua composição em titânio e que, em quase todos os implantes, os elementos Ca, Cr, Fe, Ni e W foram encontrados a nível de traços. Por outro lado, os elementos O, N, H e C, não foram medidos, pois suas concentrações encontram-se em nível de ultra traços e os valores dos mesmos estão

abaixo do limite de detecção do equipamento utilizado para as análises, por isso não foram detectados.

Nota-se também que as concentrações dos elementos medidos na posição 02, são menores daquelas da posição 01, pois a área de irradiação é menor. Observa-se também que nas diferentes amostras, as concentrações dos elementos encontrados podem ser representadas da seguinte maneira Ti>Ca>Fe>Cr e que os valores das concentrações das impurezas, são iguais ou menores que as concentrações máximas permitidas, de acordo com a tabela 1 da ASTM.

Em estudos sobre a osseointegração, Bränemark *et al.* (1983) utilizaram pinos de titânio com a mesma pureza encontrada nos implantes analisados neste estudo, em relação aos seguintes elementos: titânio (99,75%), ferro (0,05%), oxigênio (0,10%), nitrogênio (0,03%), carbono (0,05%) e hidrogênio (0,012%). De acordo com este trabalho, pinos com pureza de 99% em titânio fazem com que o tecido ósseo seja capaz de aceitar a presença de uma ancoragem protética não biológica e se adapte a transferência de cargas funcionais, sem iniciar um processo de rejeição. Diversos autores desenvolveram estudos com a finalidade de identificar a rejeição de implantes ocorridos com biomateriais de alta pureza.

As figuras 31 a 57 mostram os espectros dos elementos analisados, em cada amostra (implante), nas posições 01 e 02.

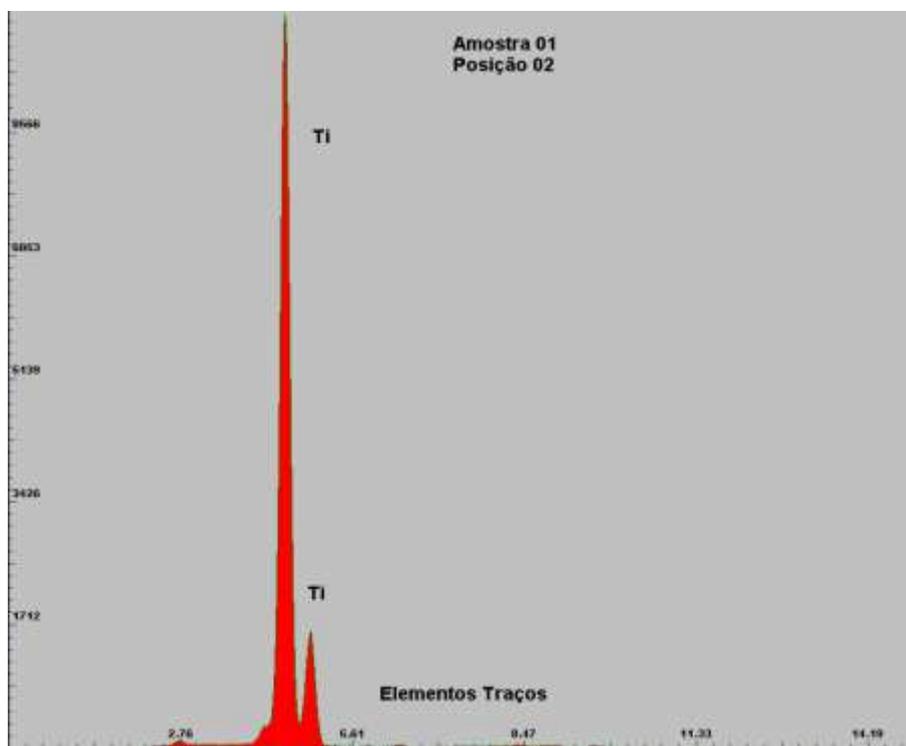
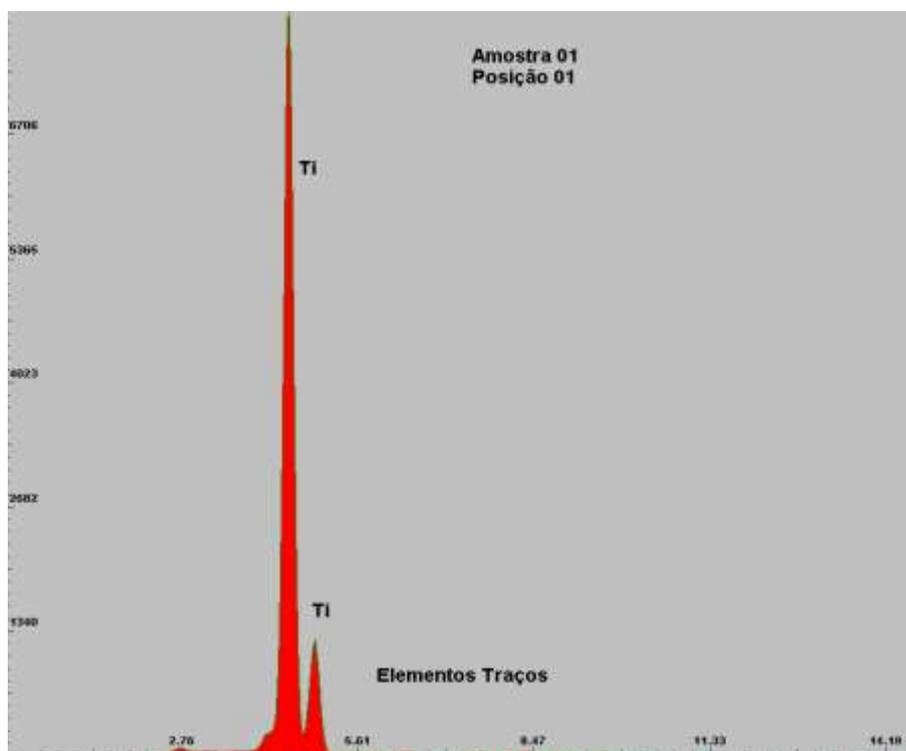


Figura 31 - Espectro dos Elementos – Amostra 01 (posição 01 e 02)

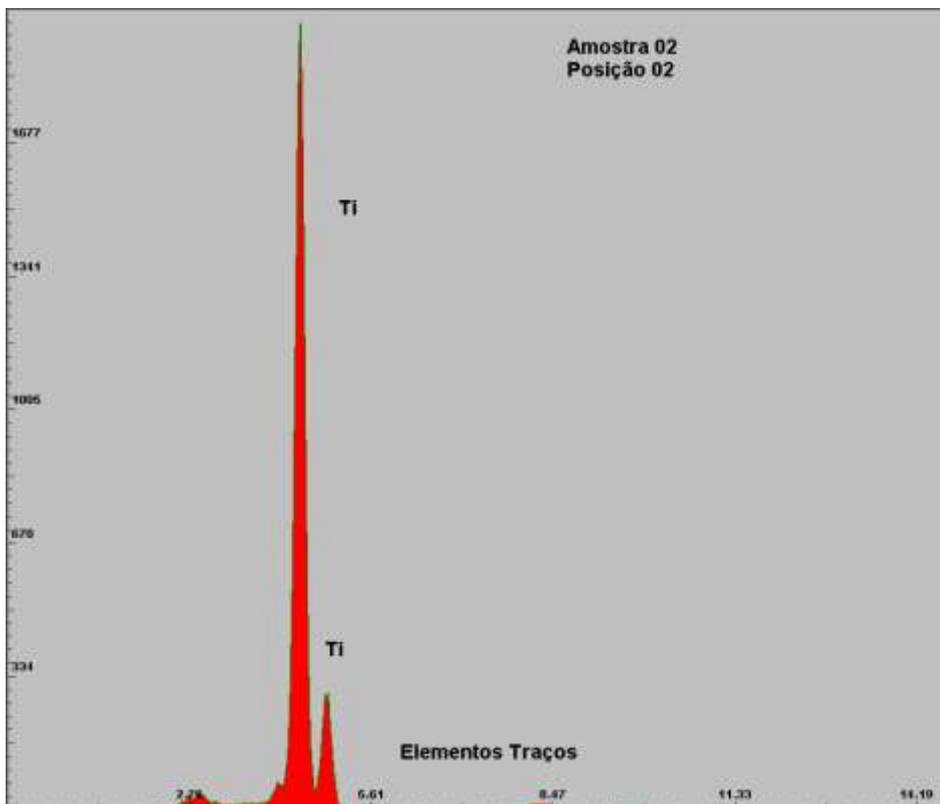
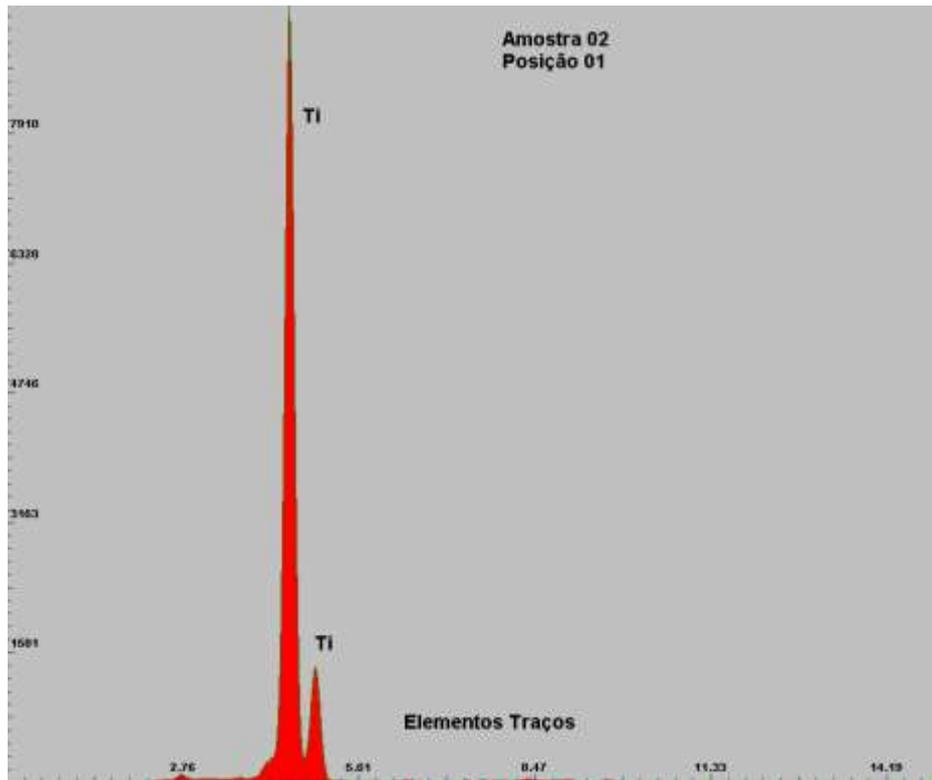


Figura 32 - Espectro dos Elementos – Amostras 02 (Posição 01 e 02)

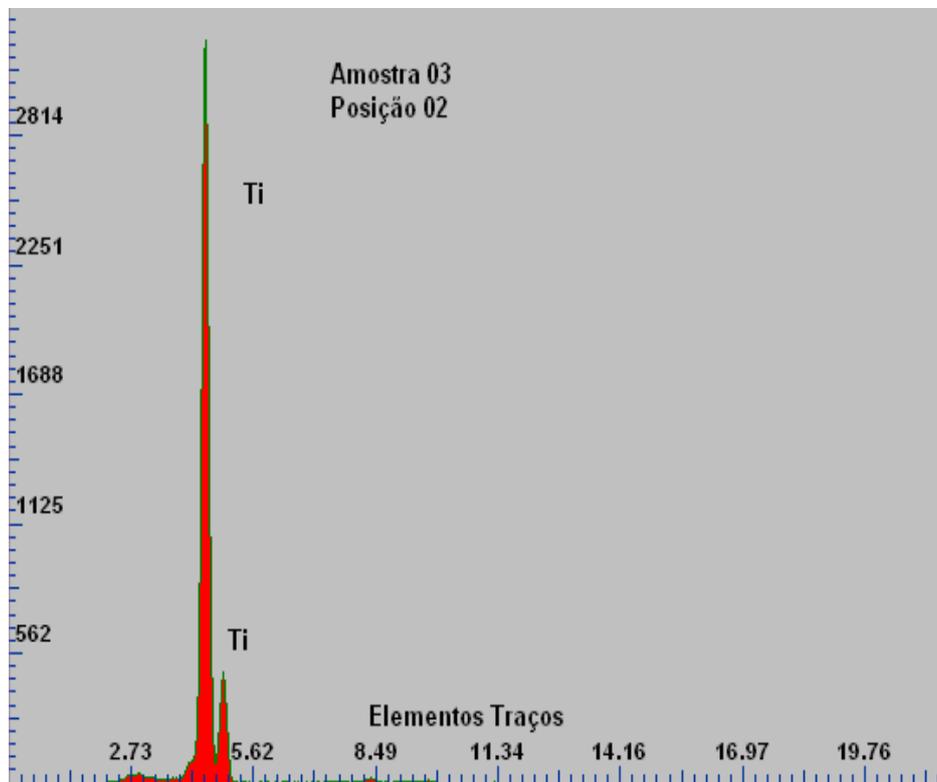
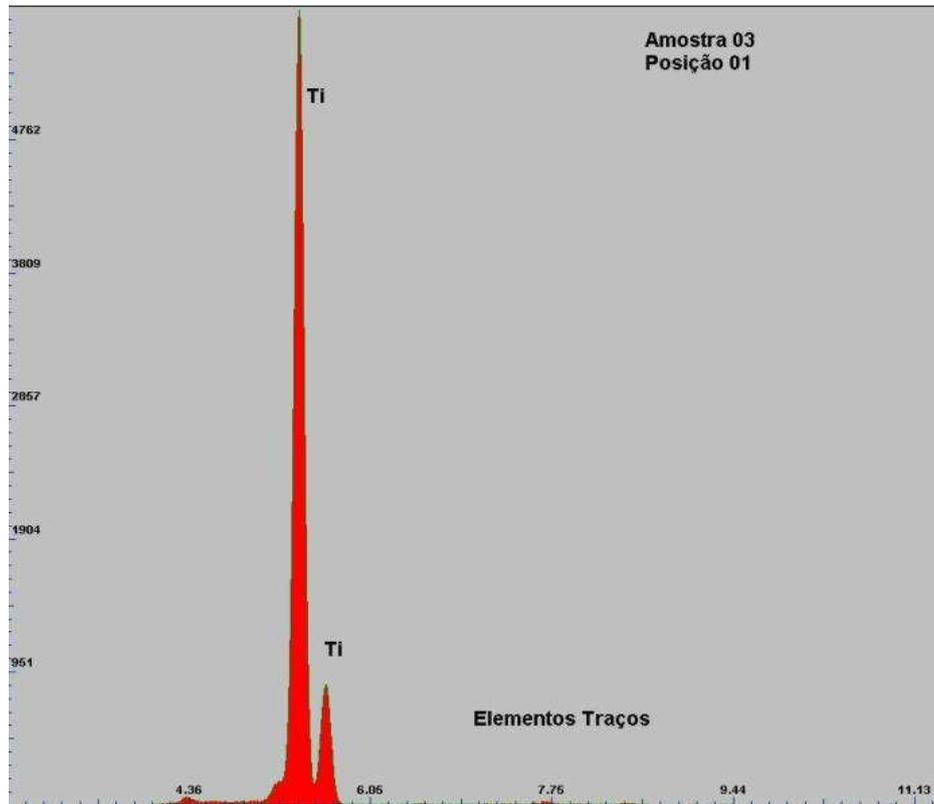


Figura 33 - Espectro dos Elementos – Amostras 03 (Posição 01 e 02)

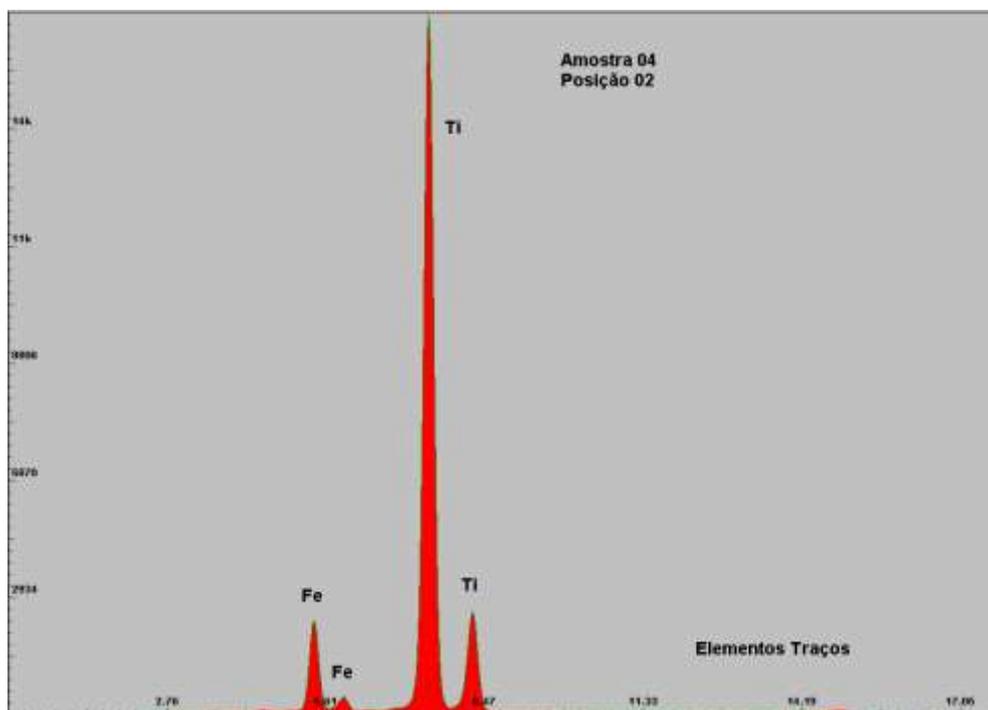
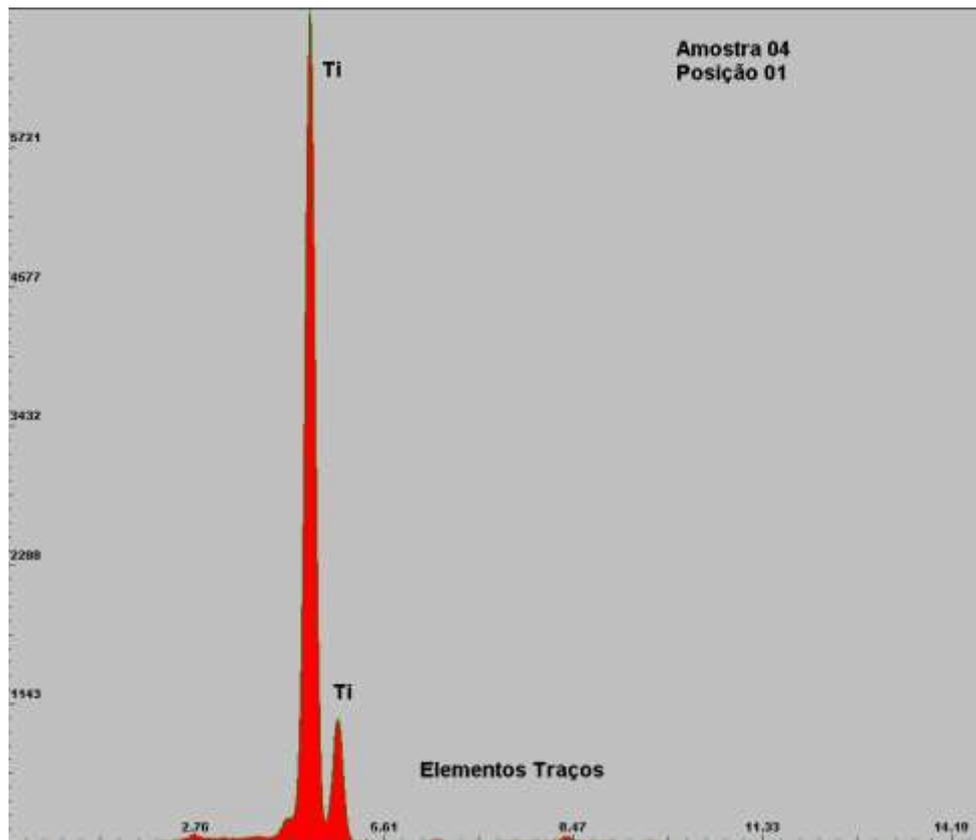


Figura 34 - Espectro dos Elementos – Amostras 04 (Posição 01 e 02)

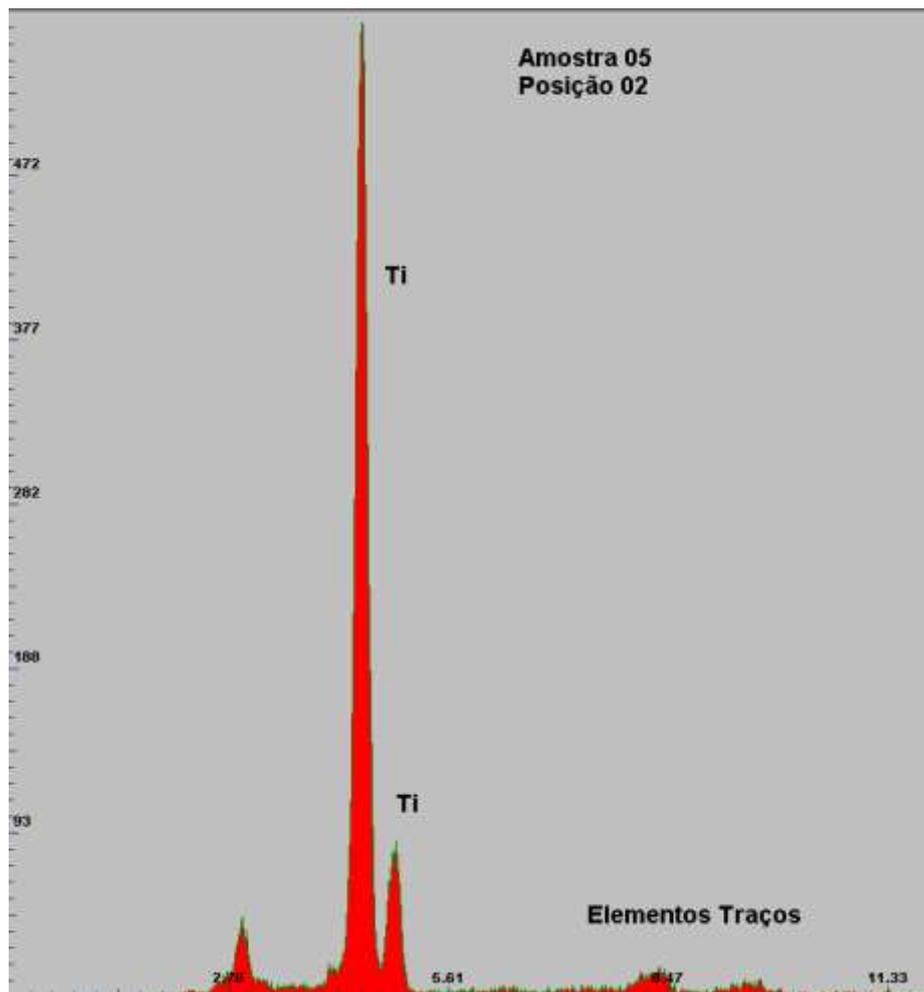
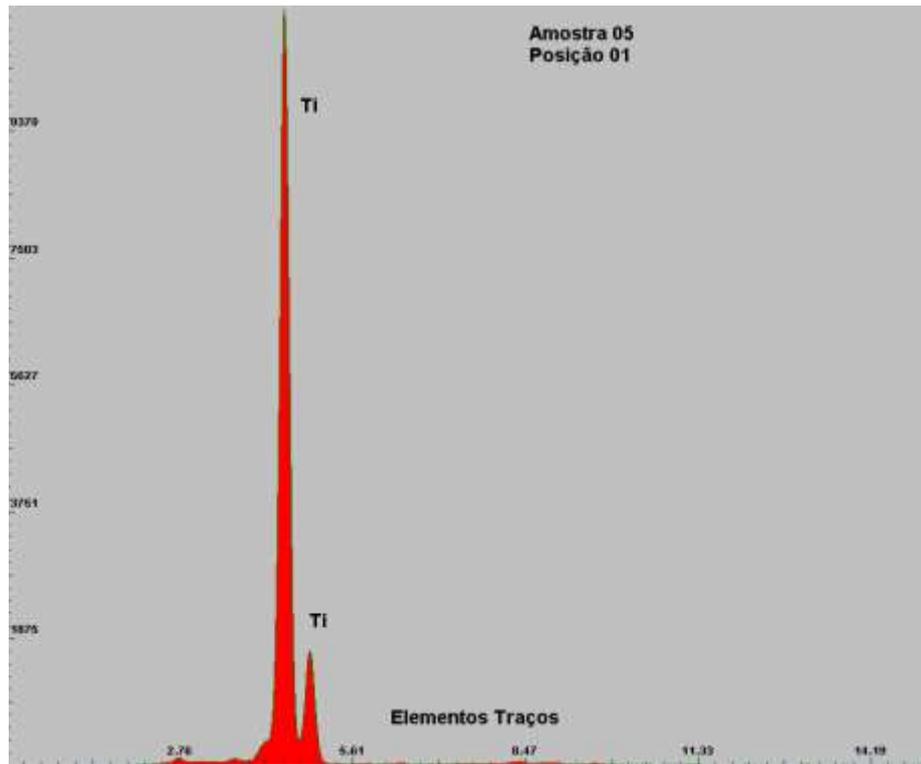


Figura 35 - Espectro dos Elementos – Amostras 05 (Posição 01 e 02)

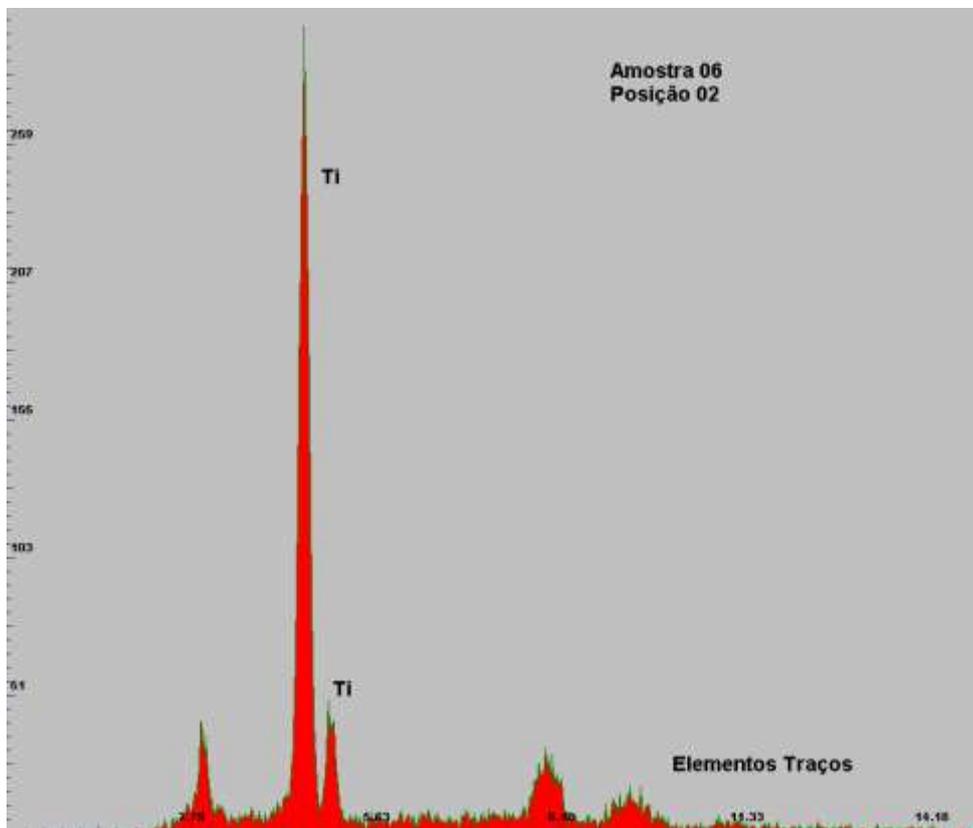
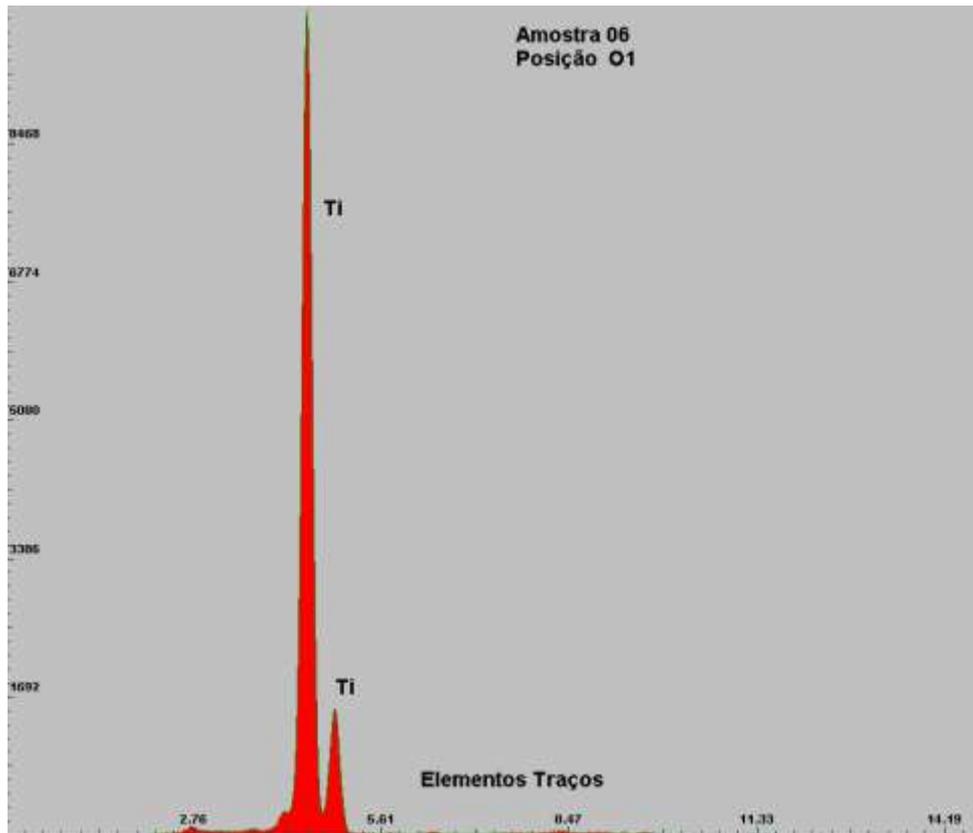


Figura 36- Espectro dos Elementos – Amostras 06 (Posição 01 e 02)

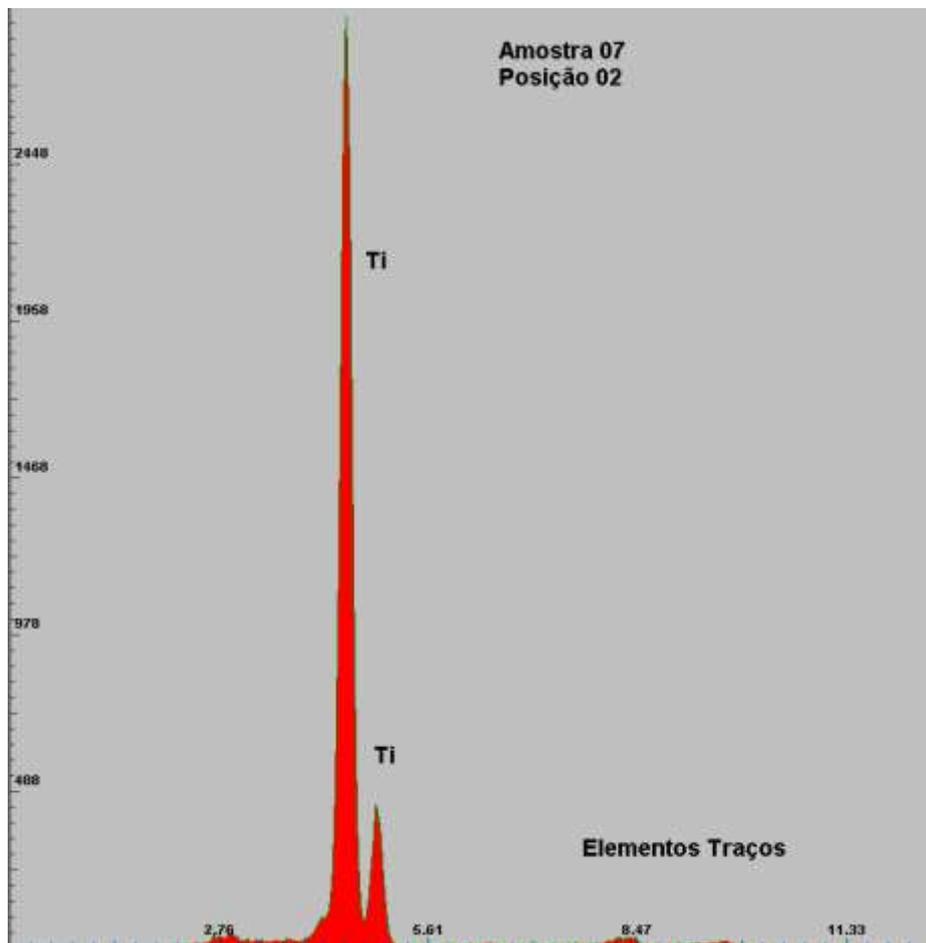
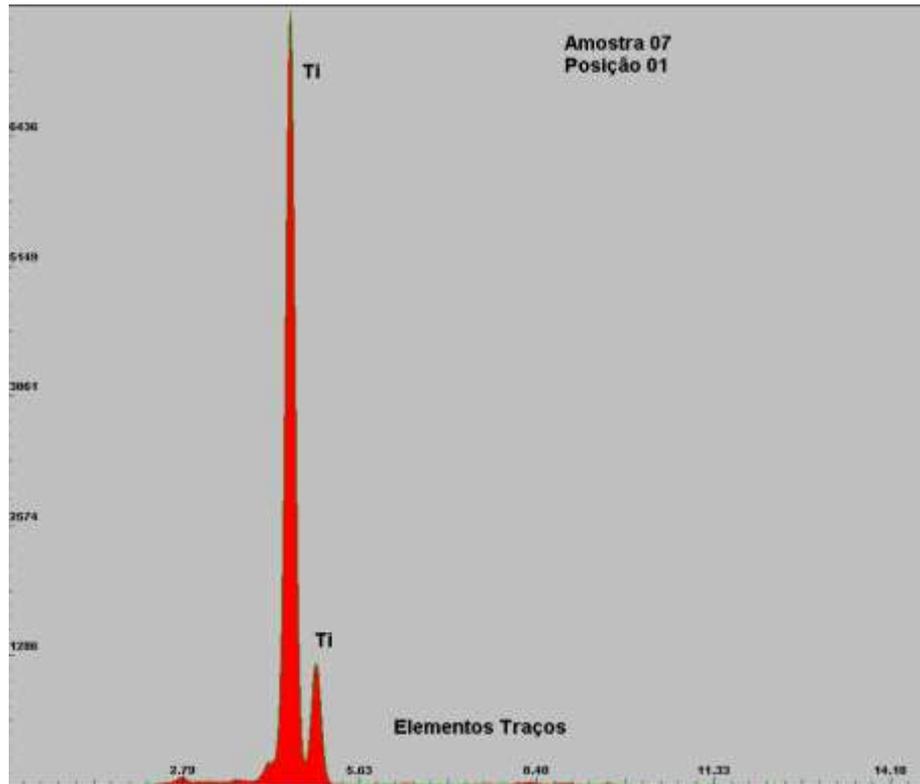


Figura 37 - Espectro dos Elementos – Amostras 07 (Posição 01 e 02)

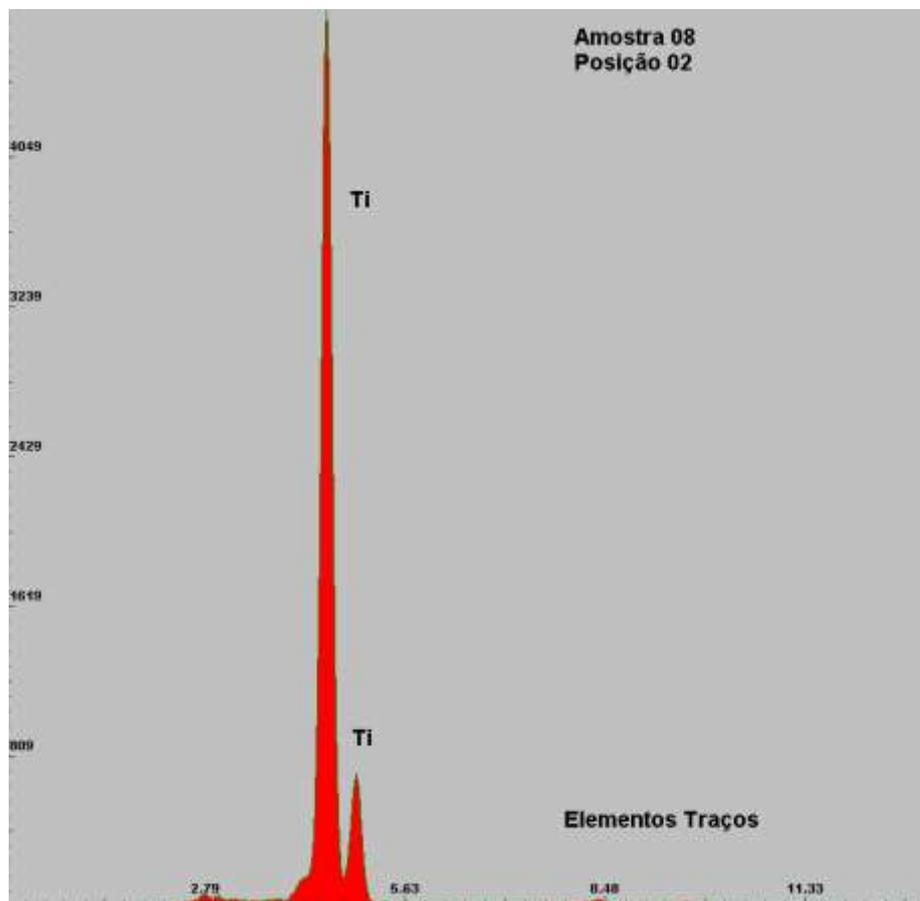
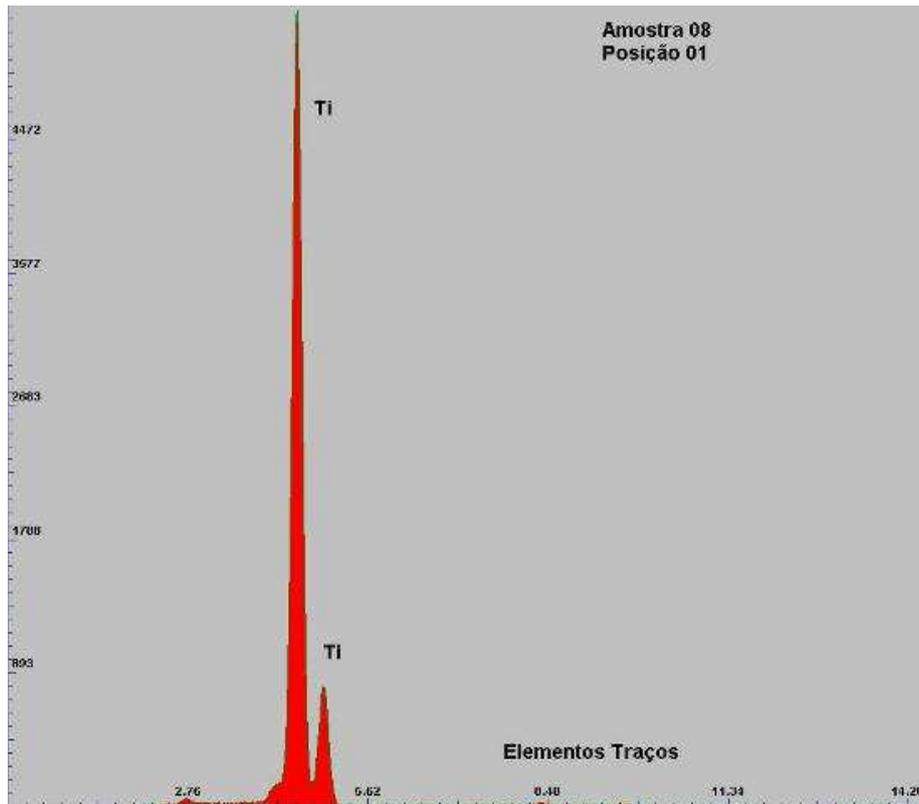


Figura 38 - Espectro dos Elementos – Amostras 08 (Posição 01 e 02)

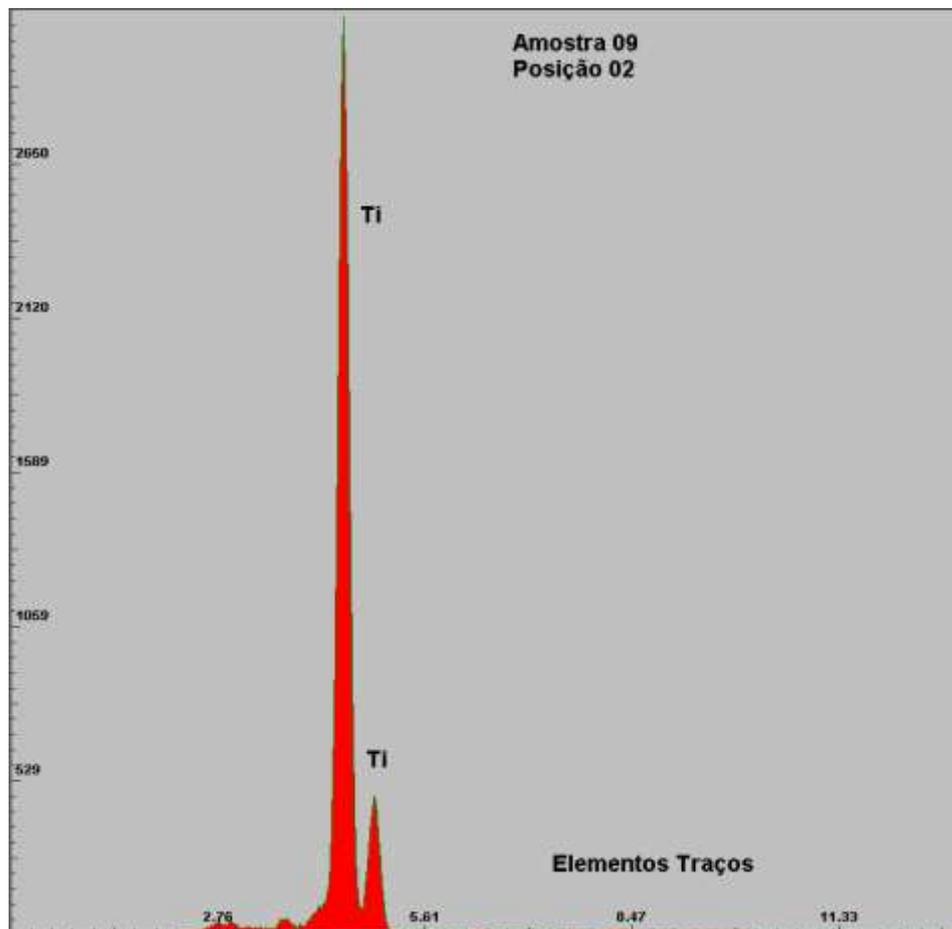
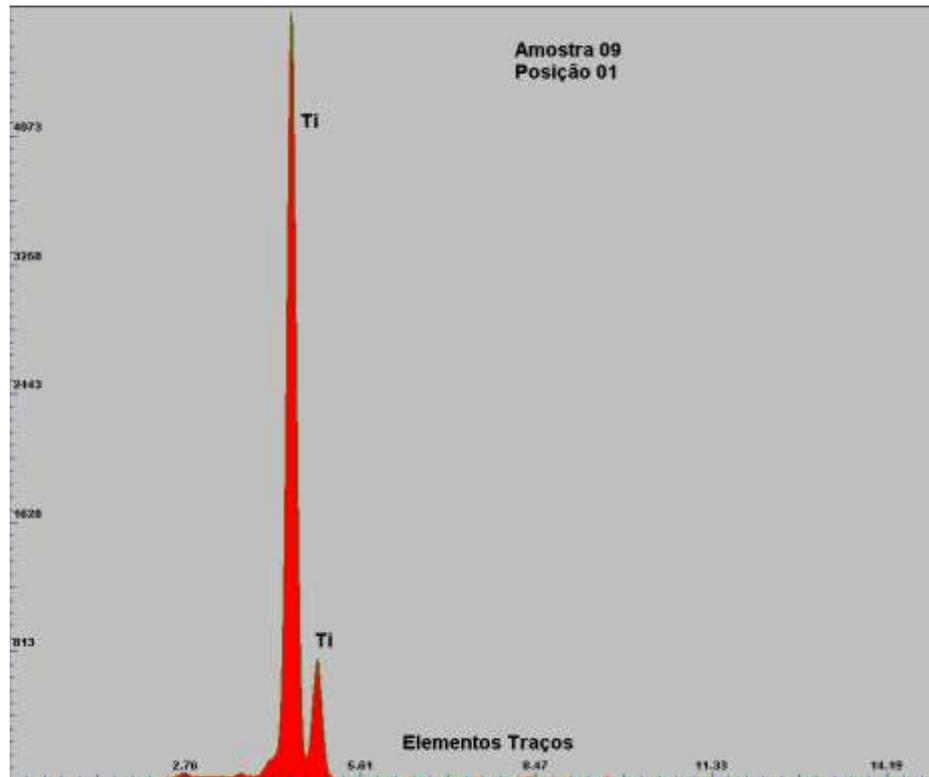


Figura 39 - Espectro dos Elementos – Amostras 09 (Posição 01 e 02)

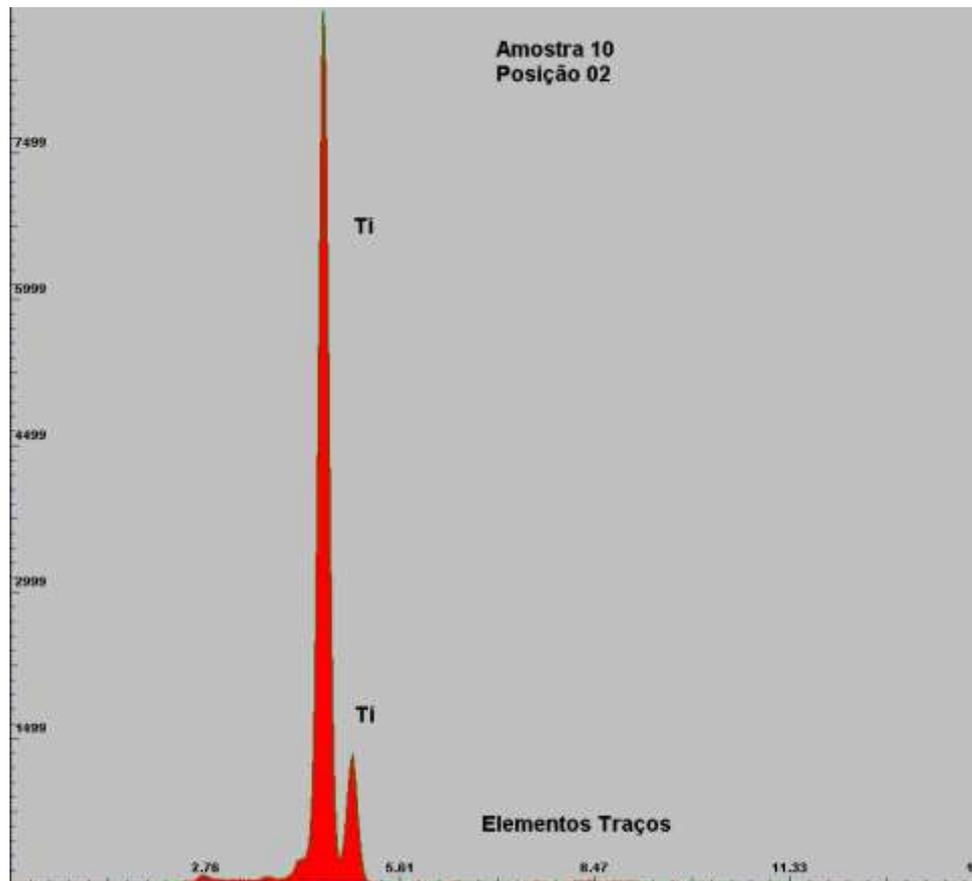
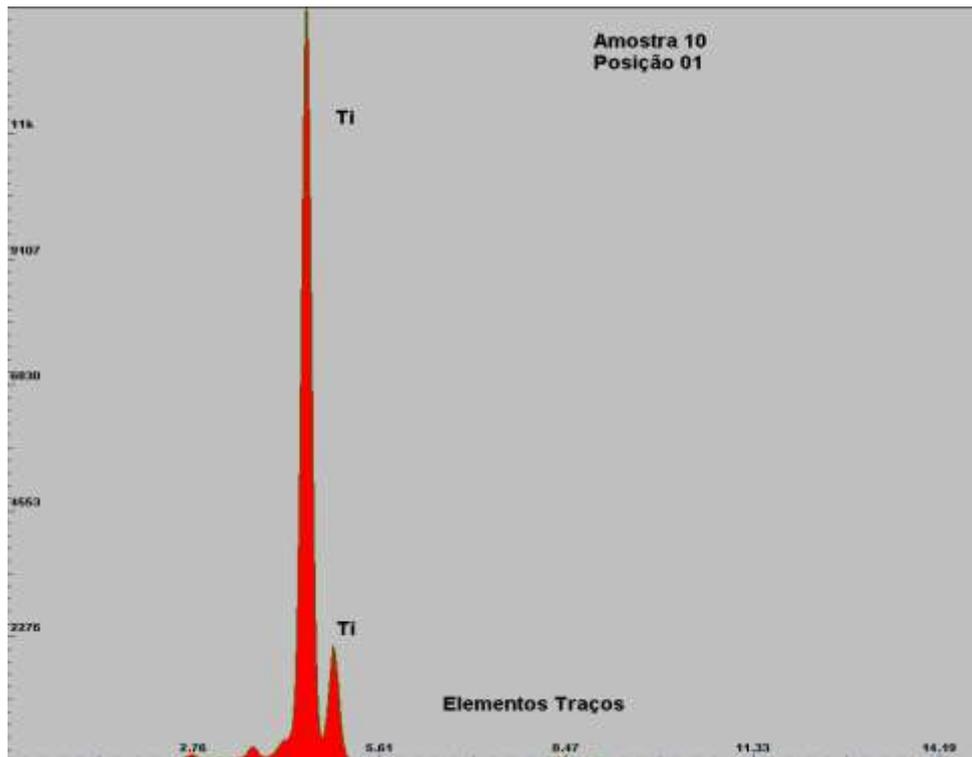


Figura 40 - Espectro dos Elementos – Amostras 10 (Posição 01 e 02)

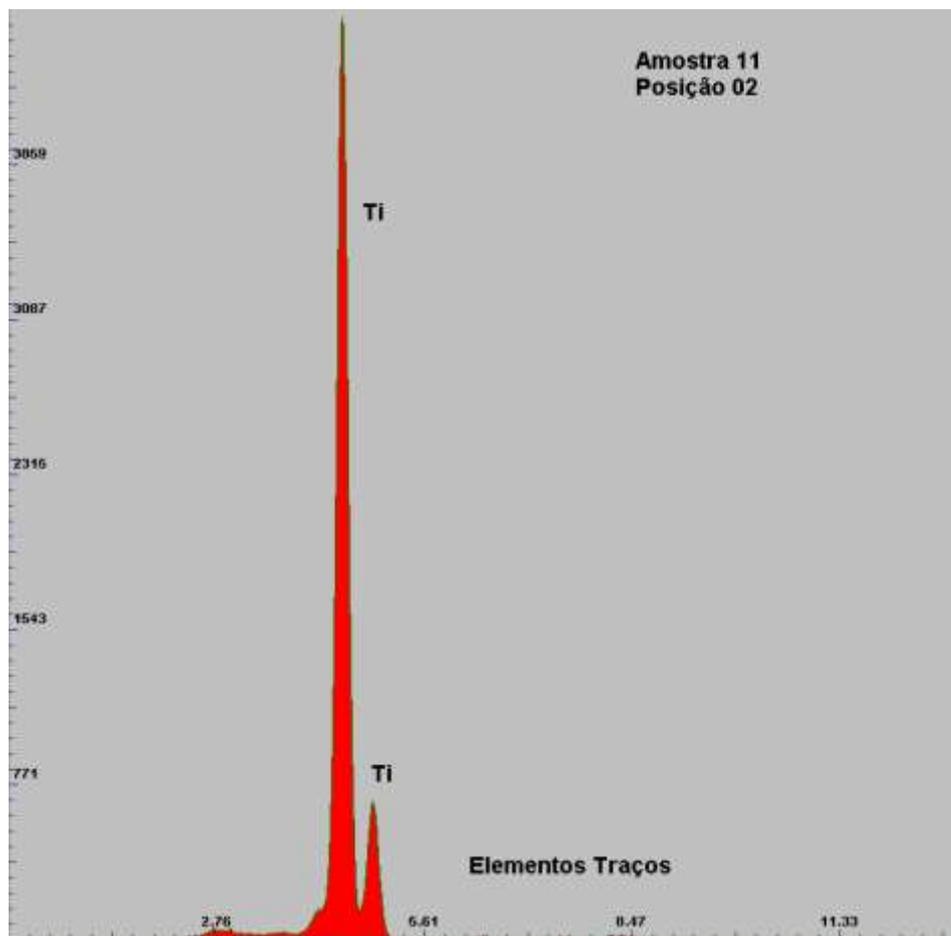
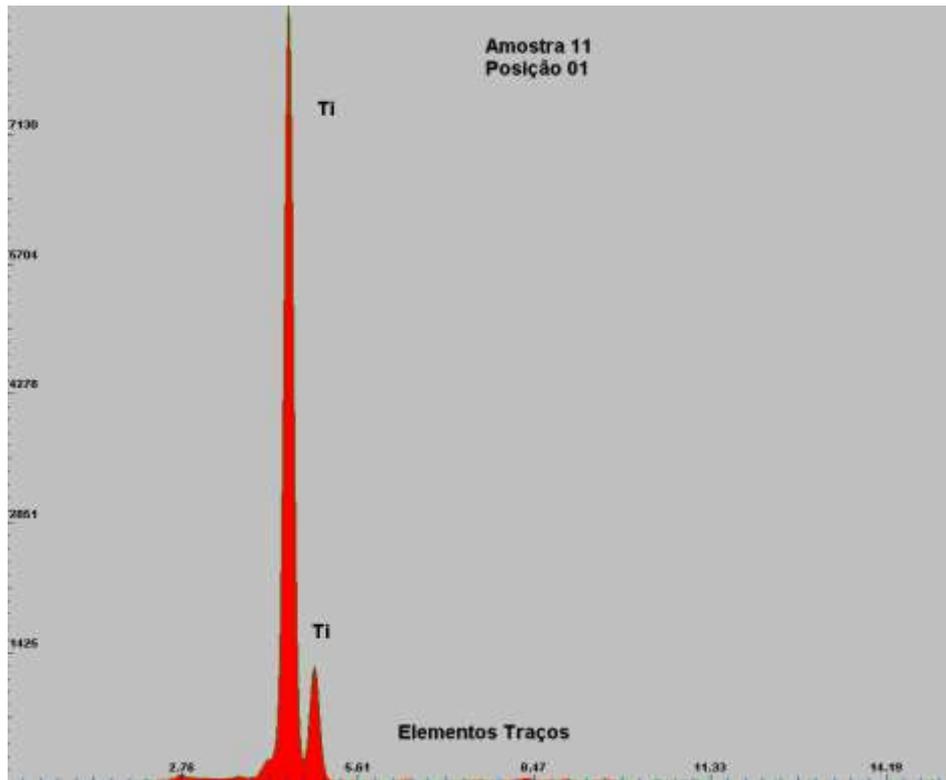


Figura 41 - Espectro dos Elementos – Amostras 11 (Posição 01 e 02)

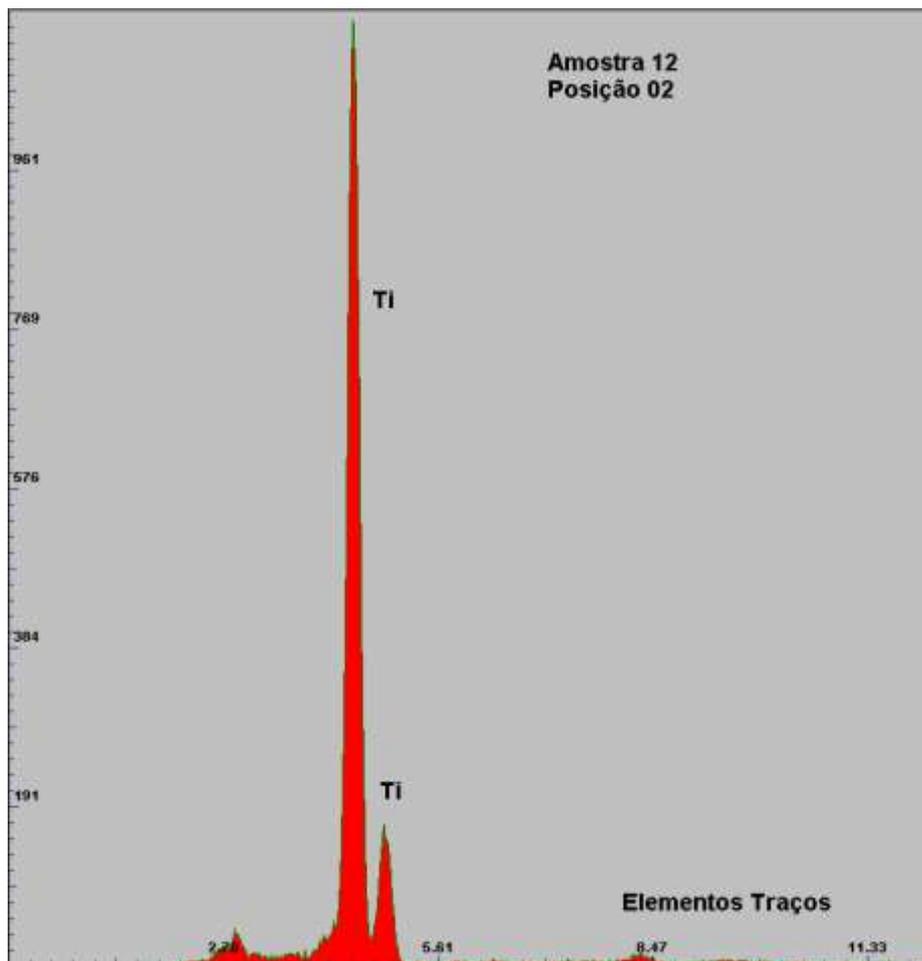
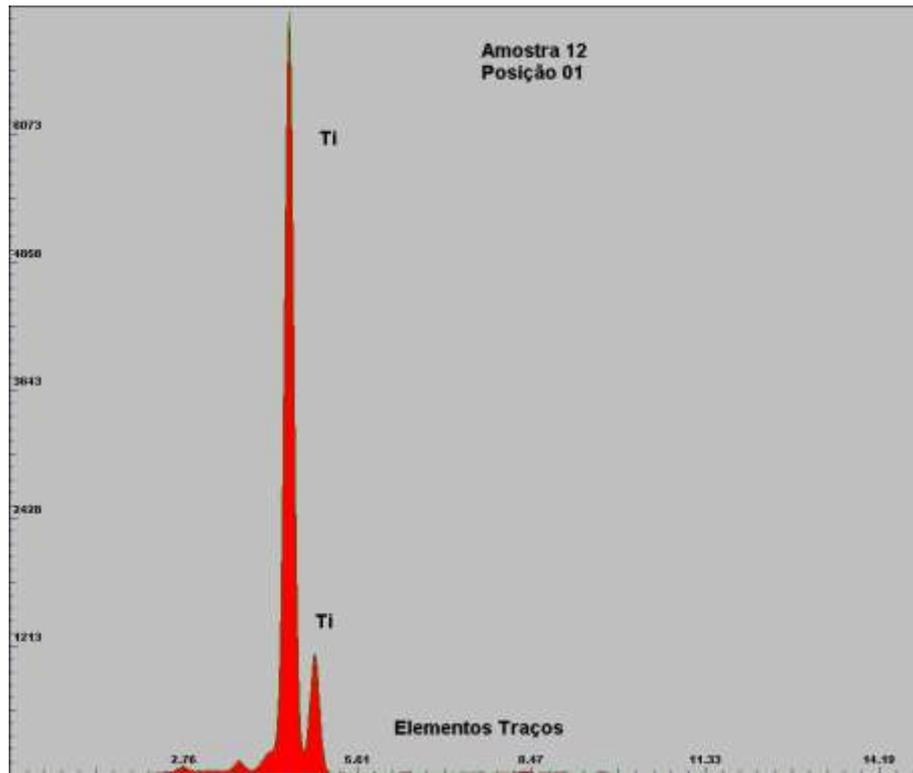


Figura 42 - Espectro dos Elementos – Amostras 12 (Posição 01 e 02)

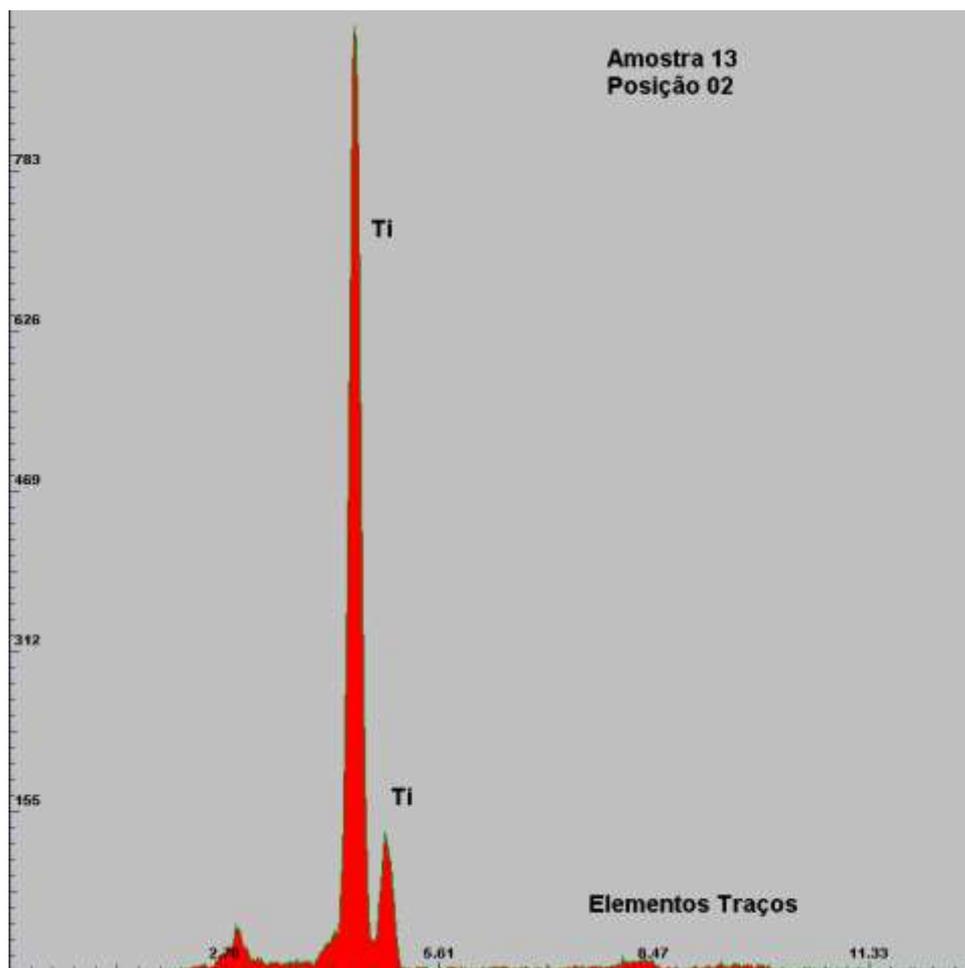
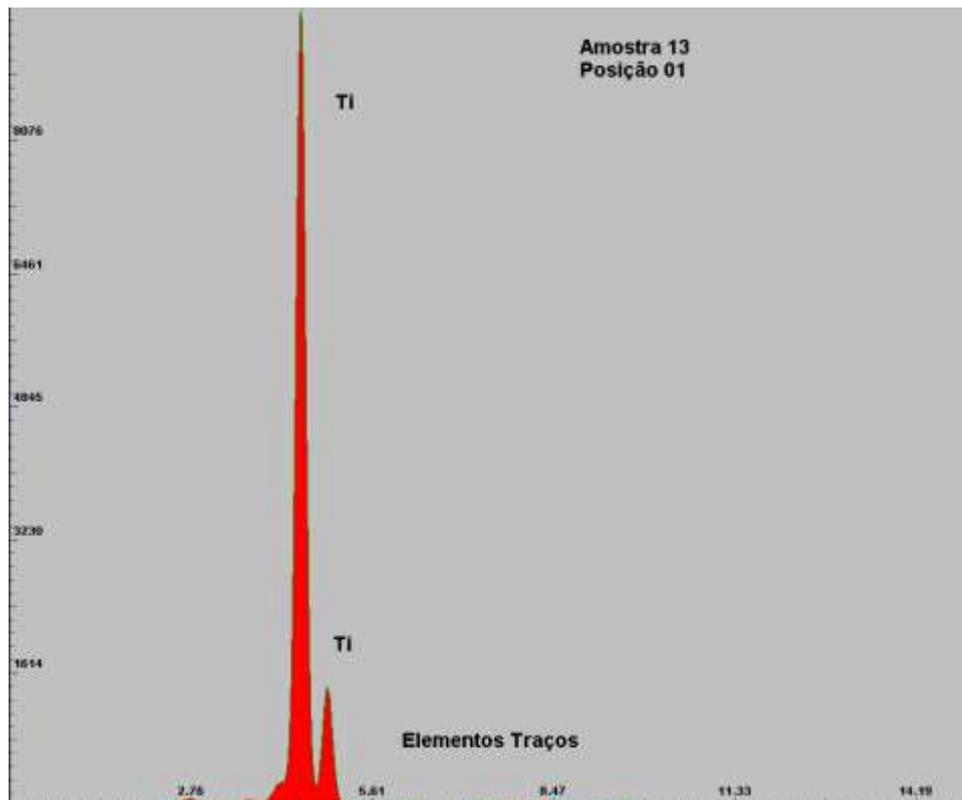


Figura 43 - Espectro dos Elementos – Amostras 13 (Posição 01 e 02)

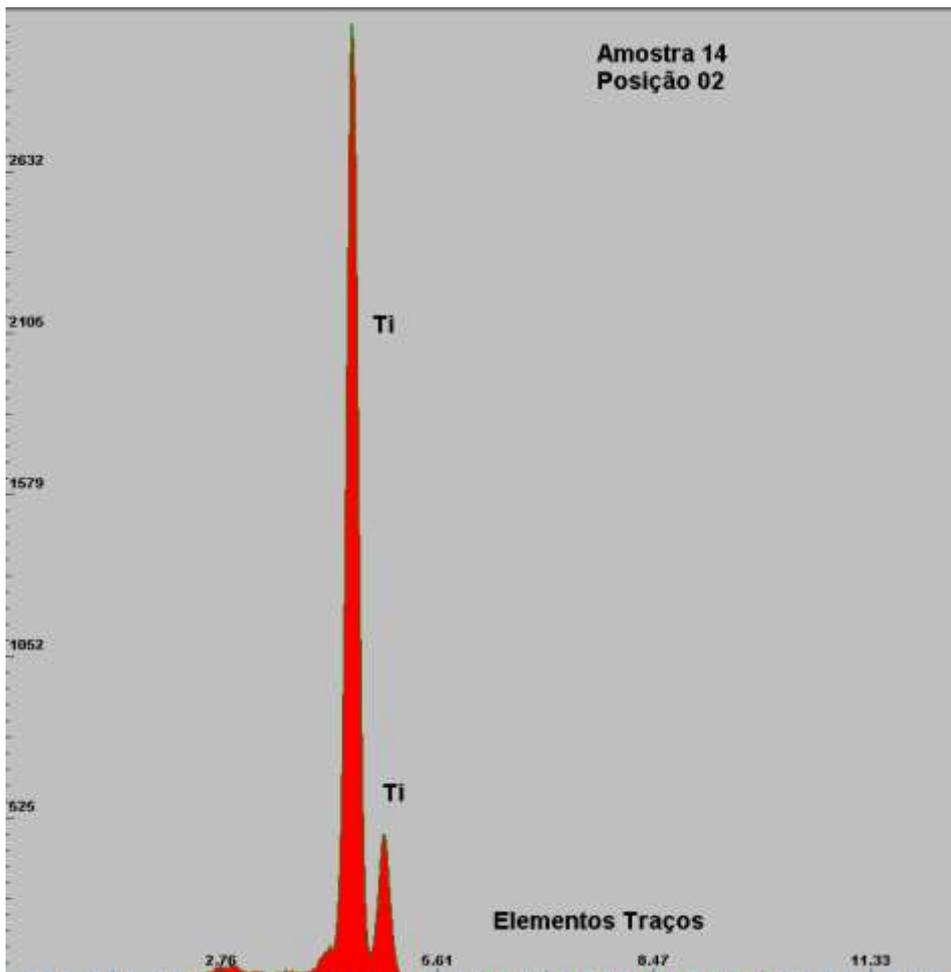
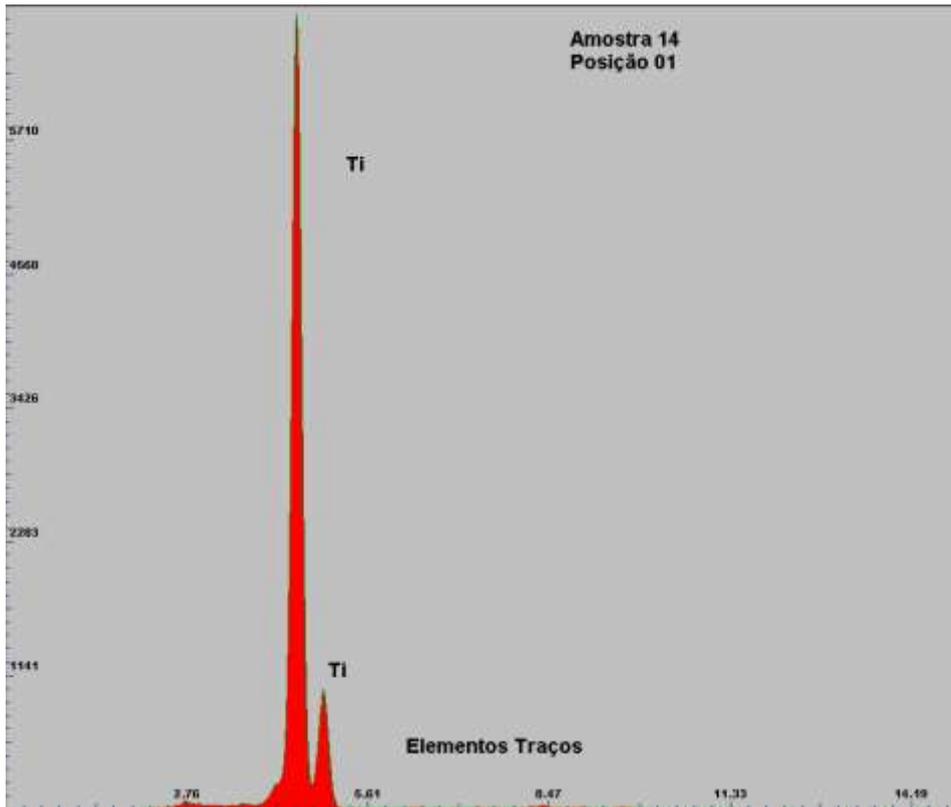


Figura 44 - Espectro dos Elementos – Amostras 14 (Posição 01 e 02)

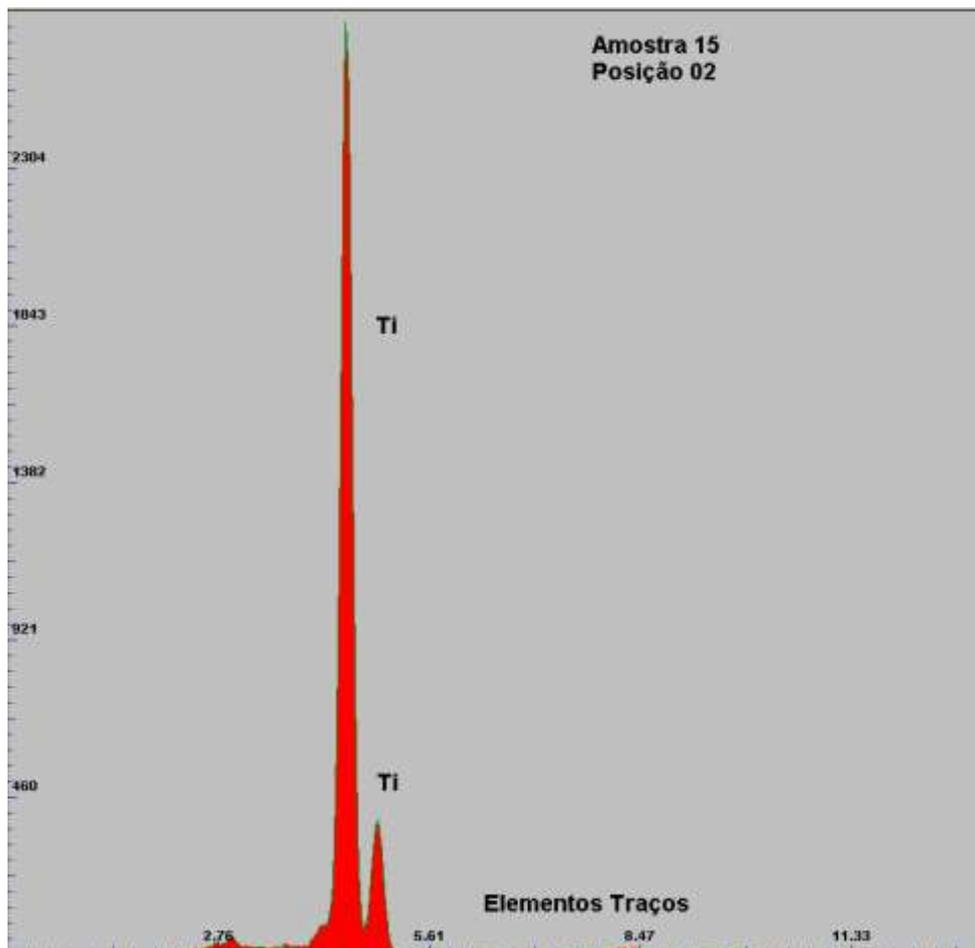
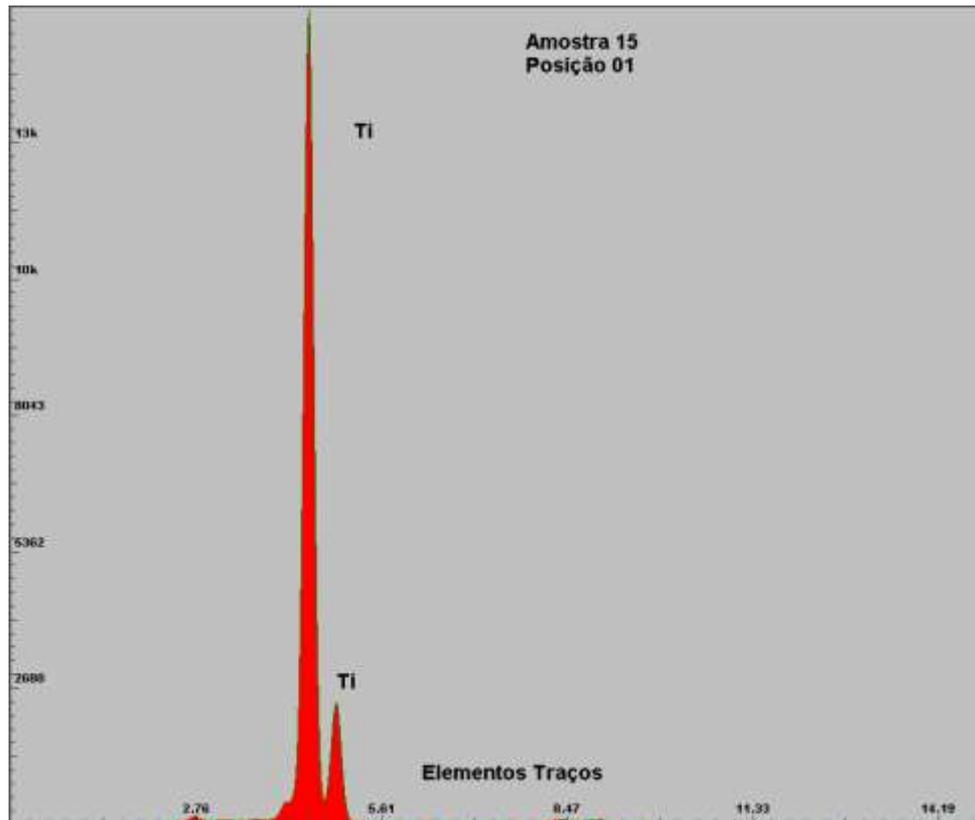


Figura 45 - Espectro dos Elementos – Amostras 15 (Posição 01 e 02)

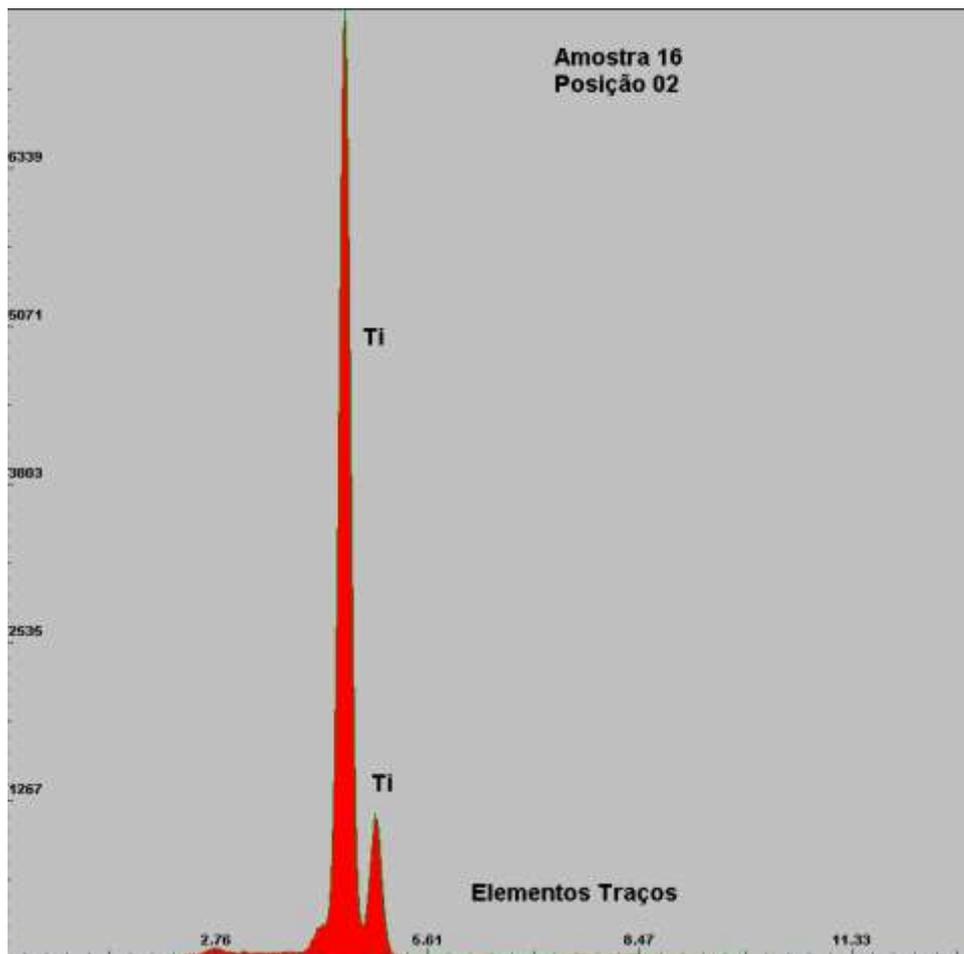
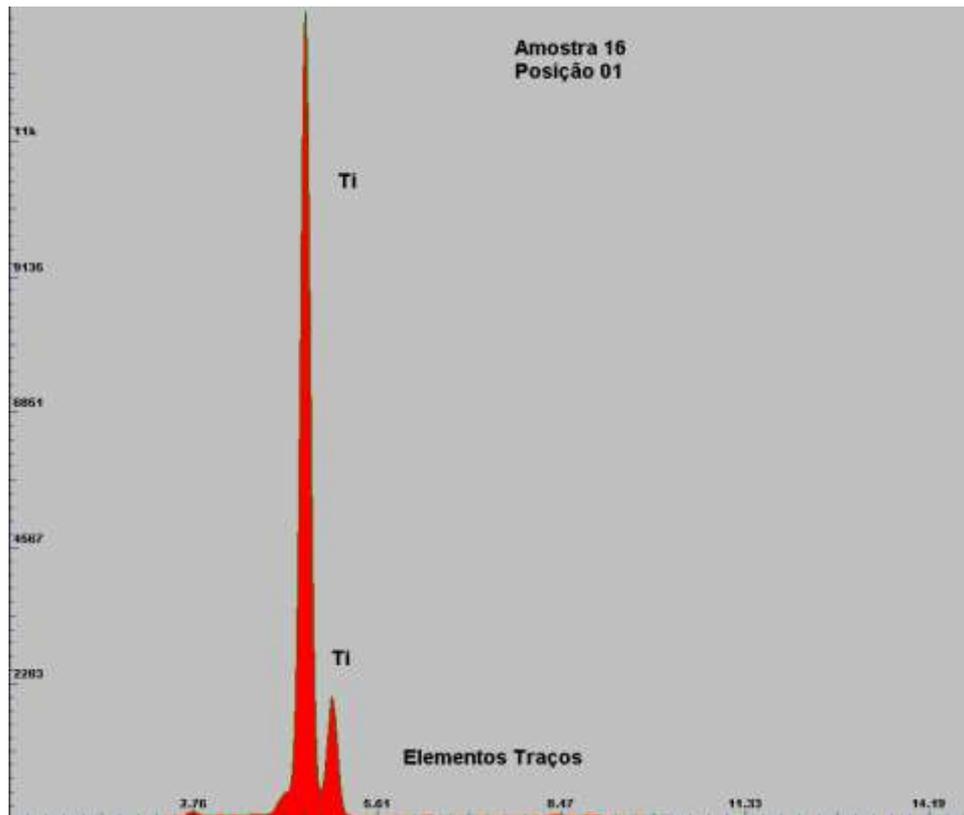


Figura 46 - Espectro dos Elementos – Amostras 16 (Posição 01 e 02)

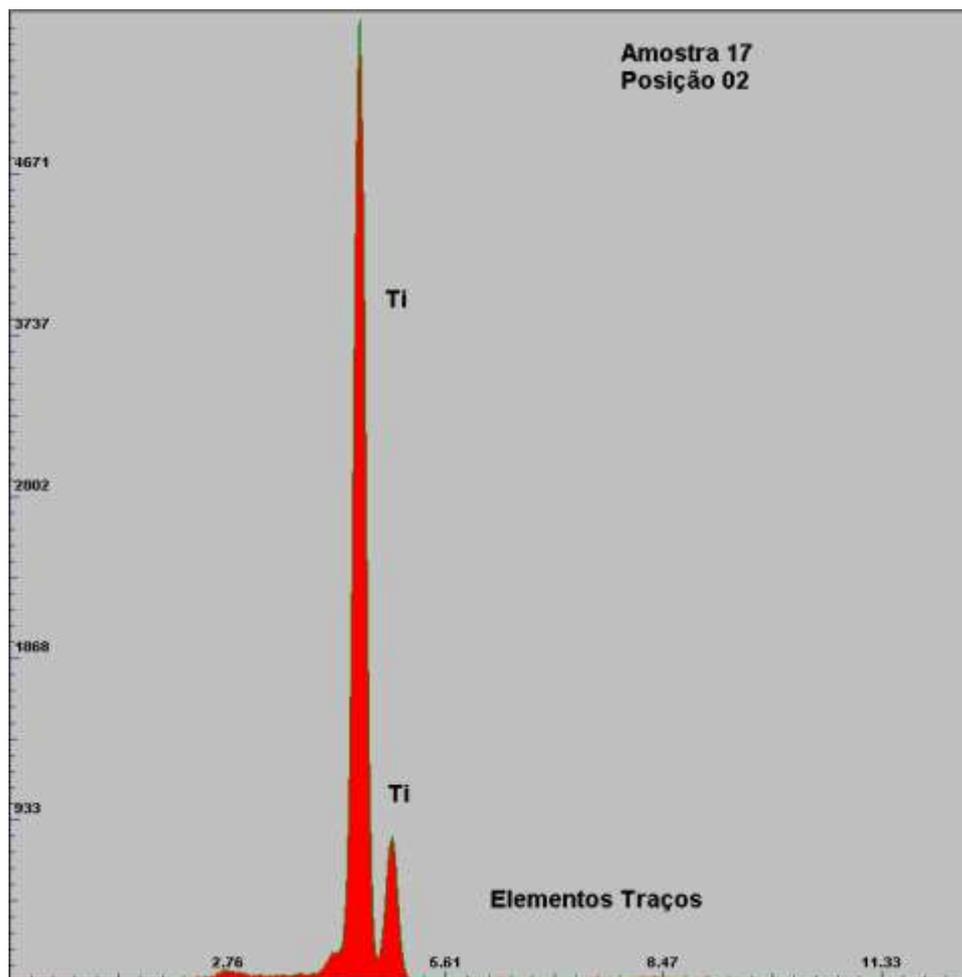
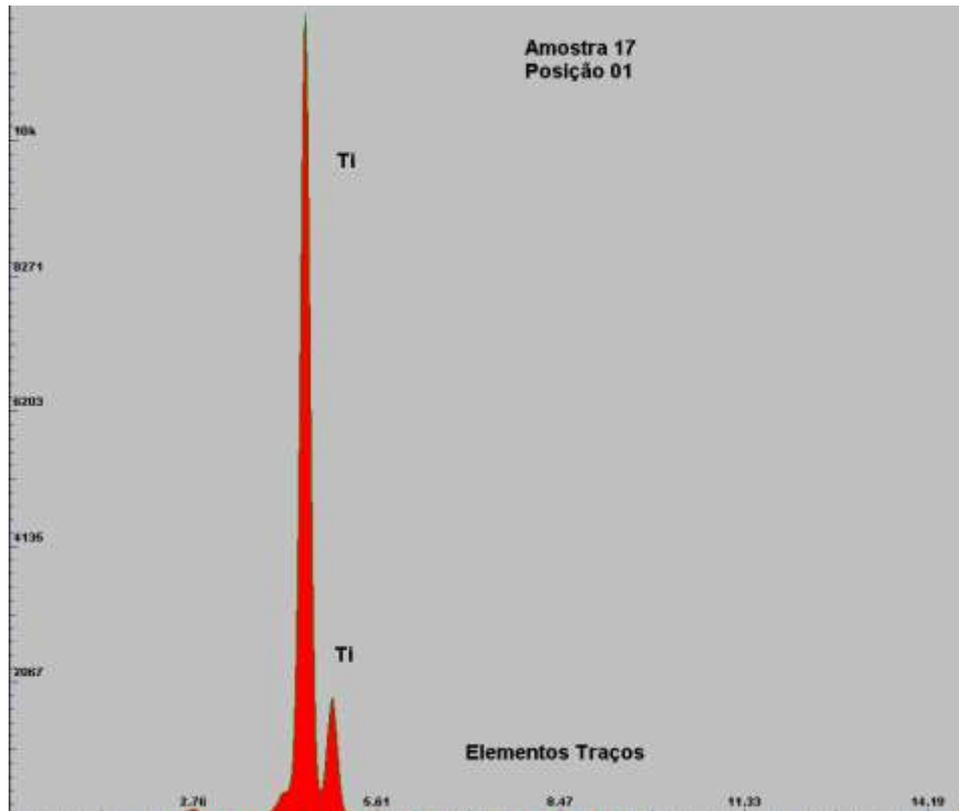


Figura 47 - Espectro dos Elementos – Amostras 17 (Posição 01 e 02)

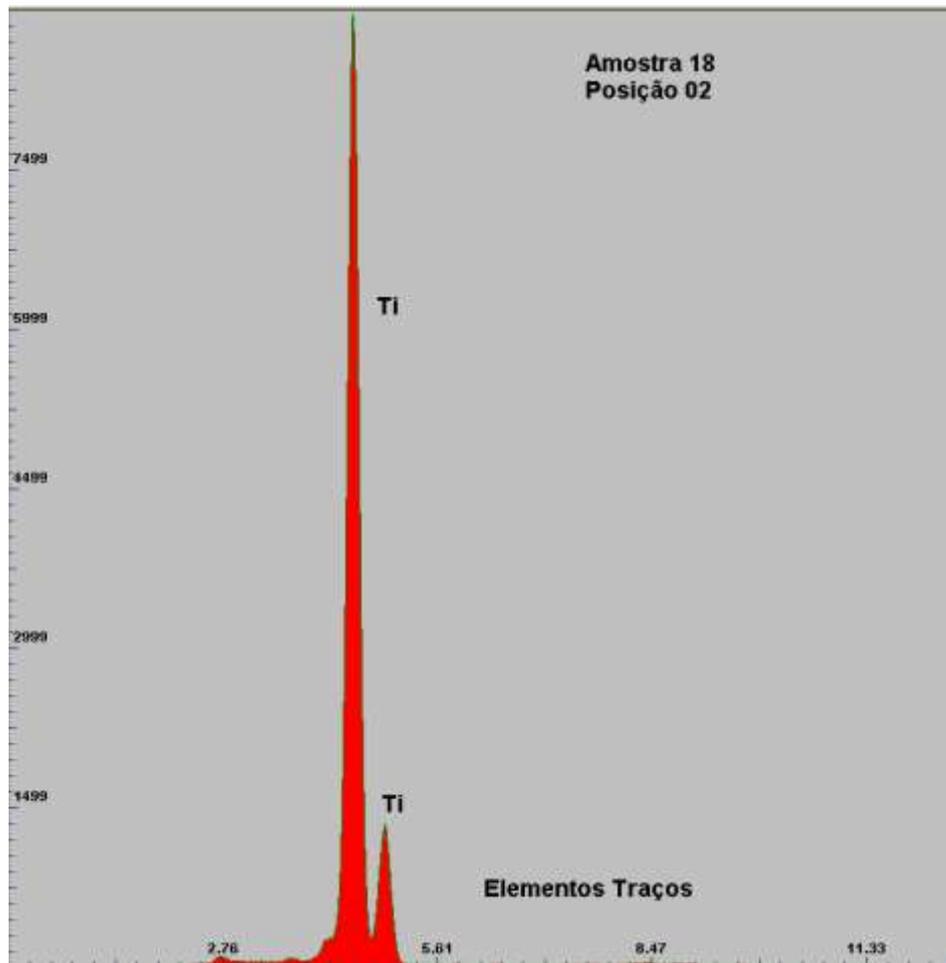
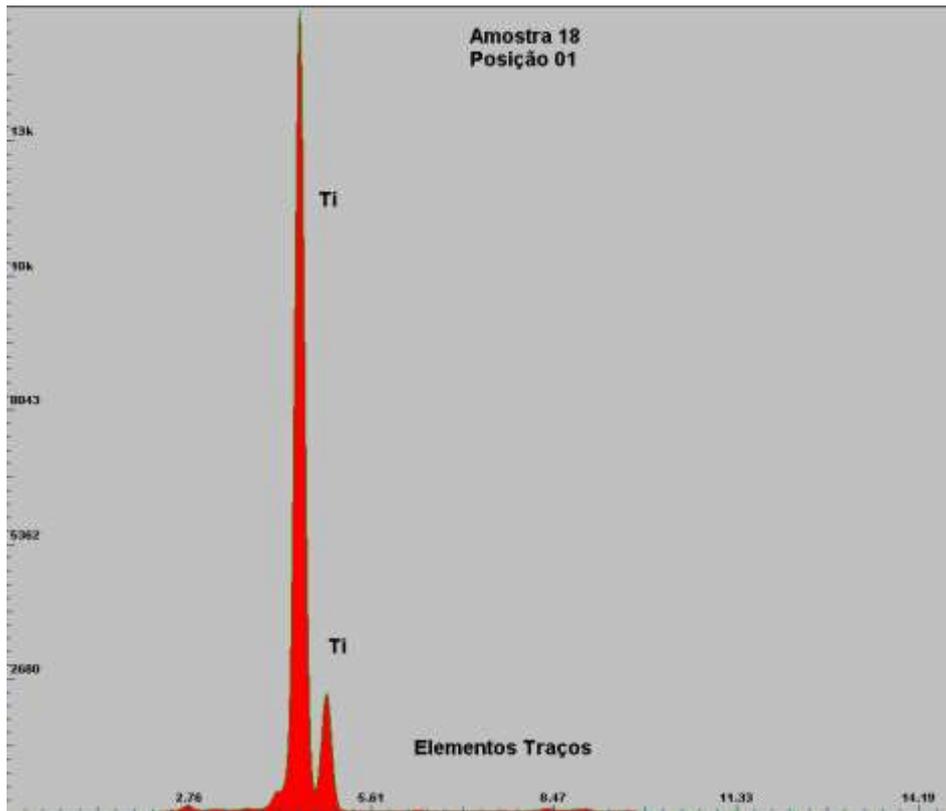


Figura 48 - Espectro dos Elementos – Amostras 18 (Posição 01 e 02)

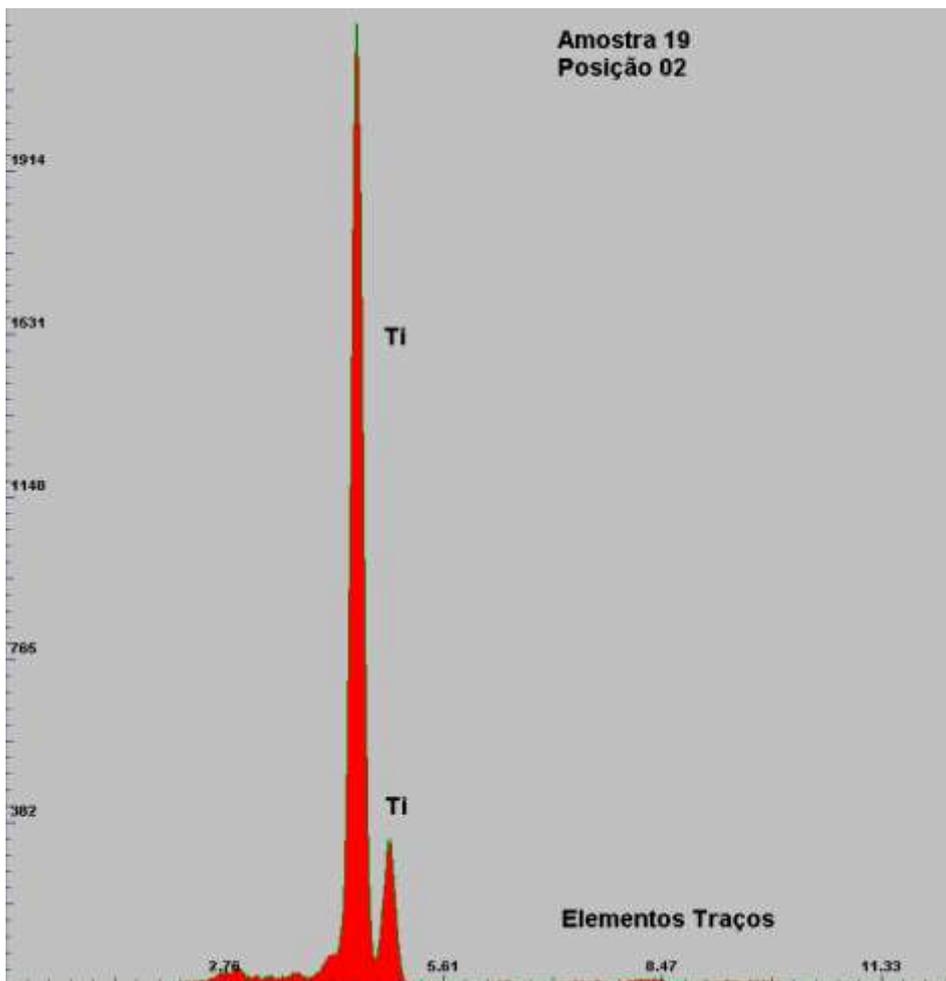
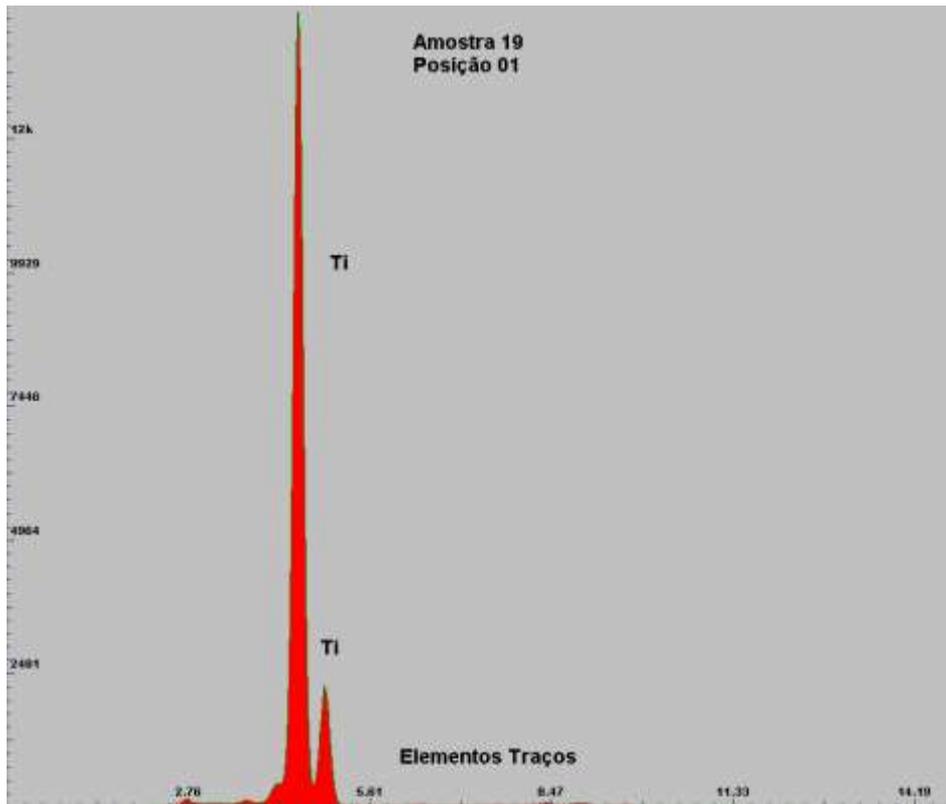


Figura 49 - Espectro dos Elementos – Amostras 19 (Posição 01 e 02)

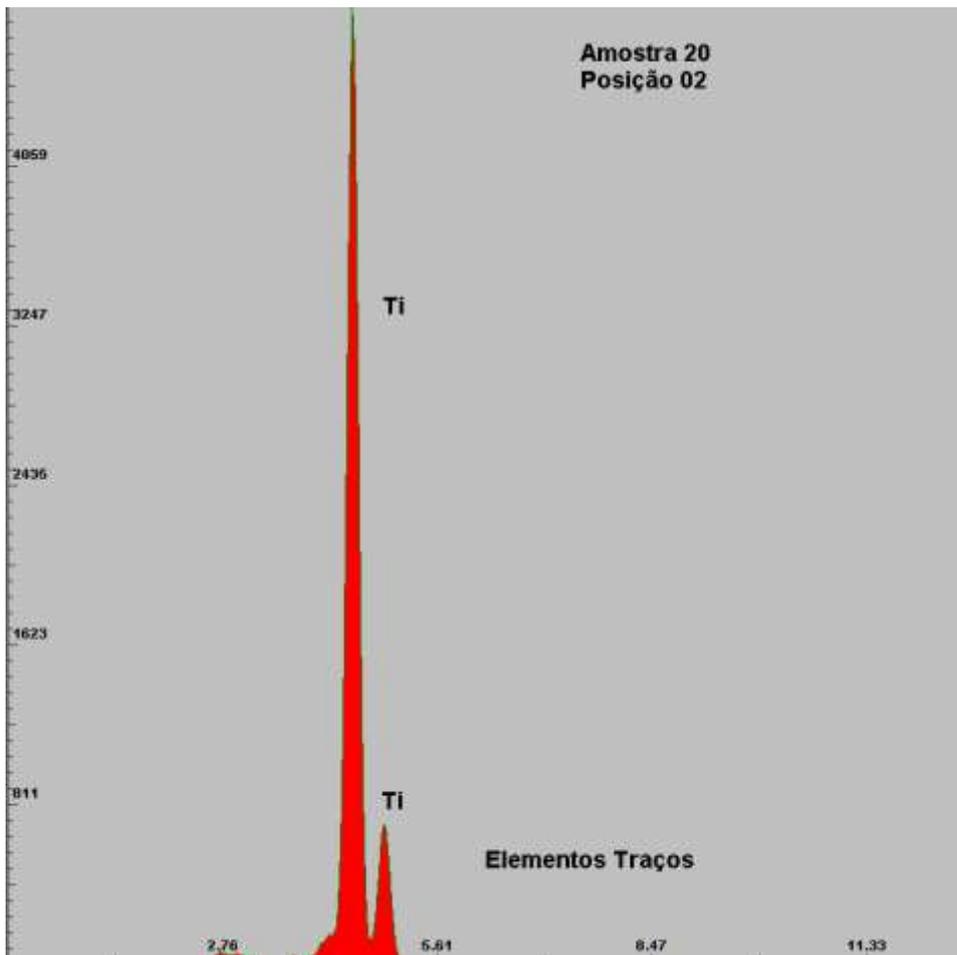
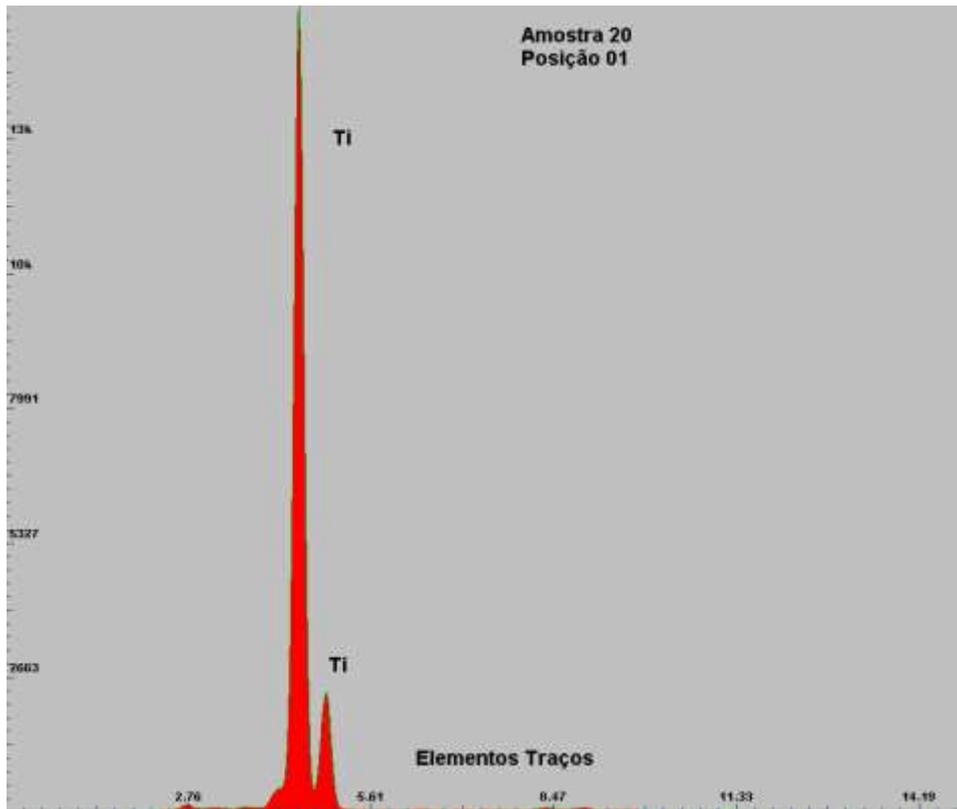


Figura 50 - Espectro dos Elementos – Amostras 20 (Posição 01 e 02)

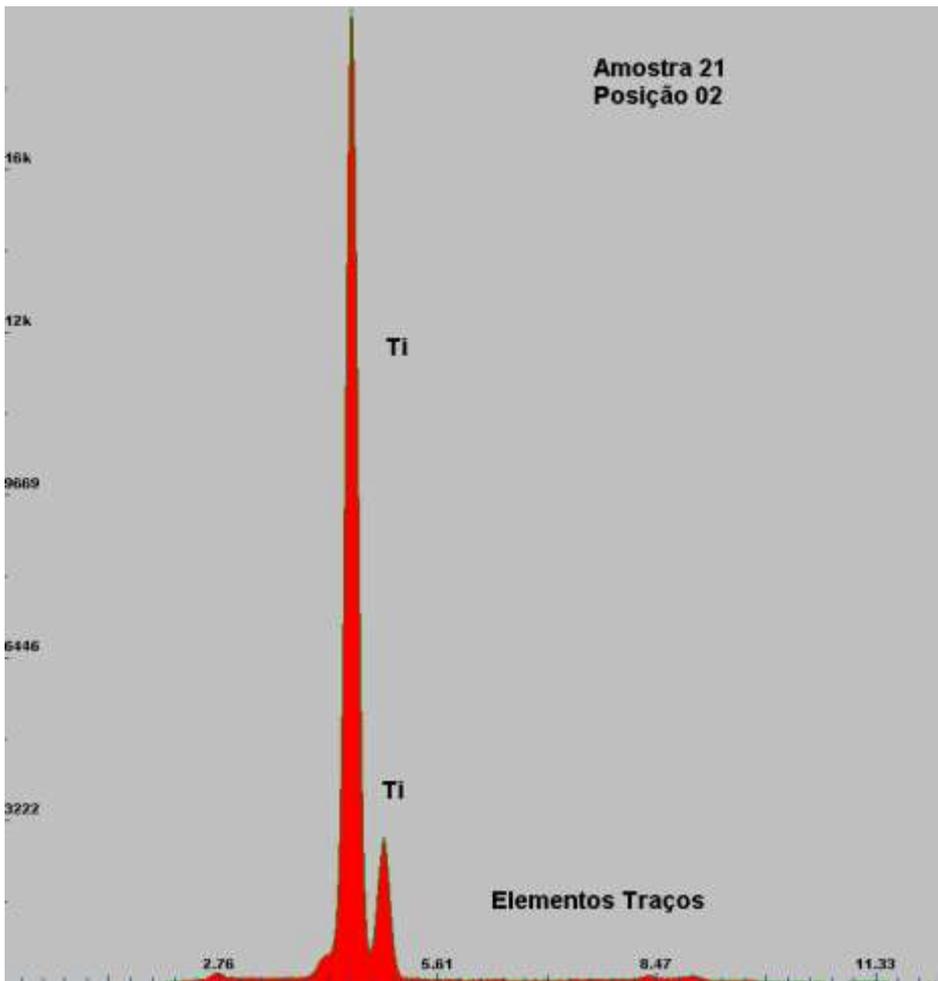
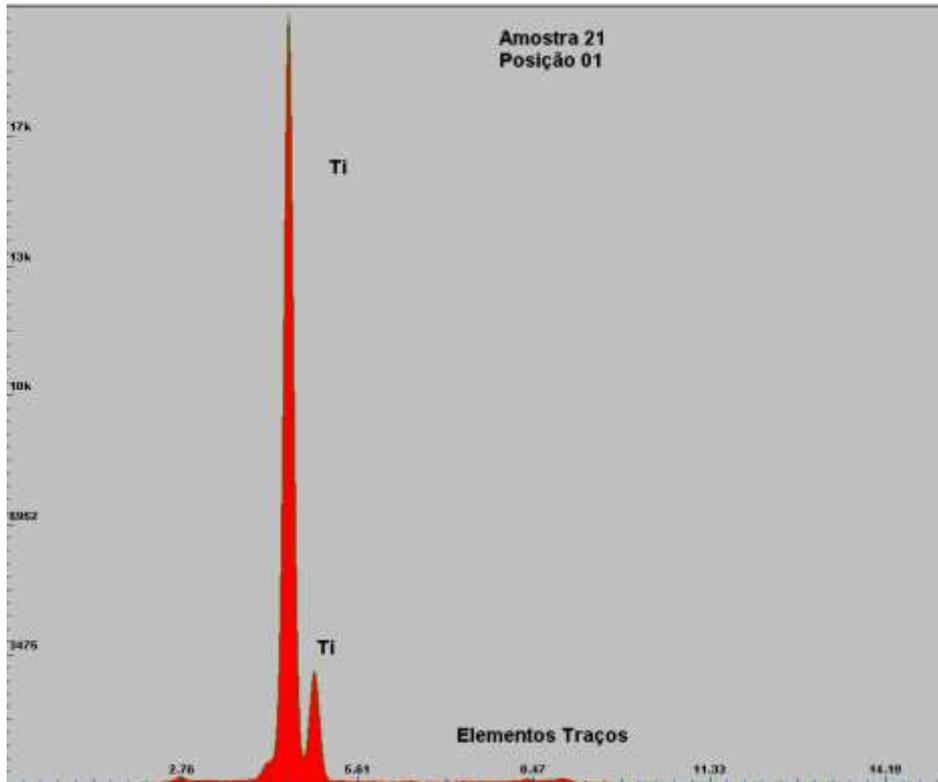


Figura 51 - Espectro dos Elementos – Amostras 21 (Posição 01 e 02)

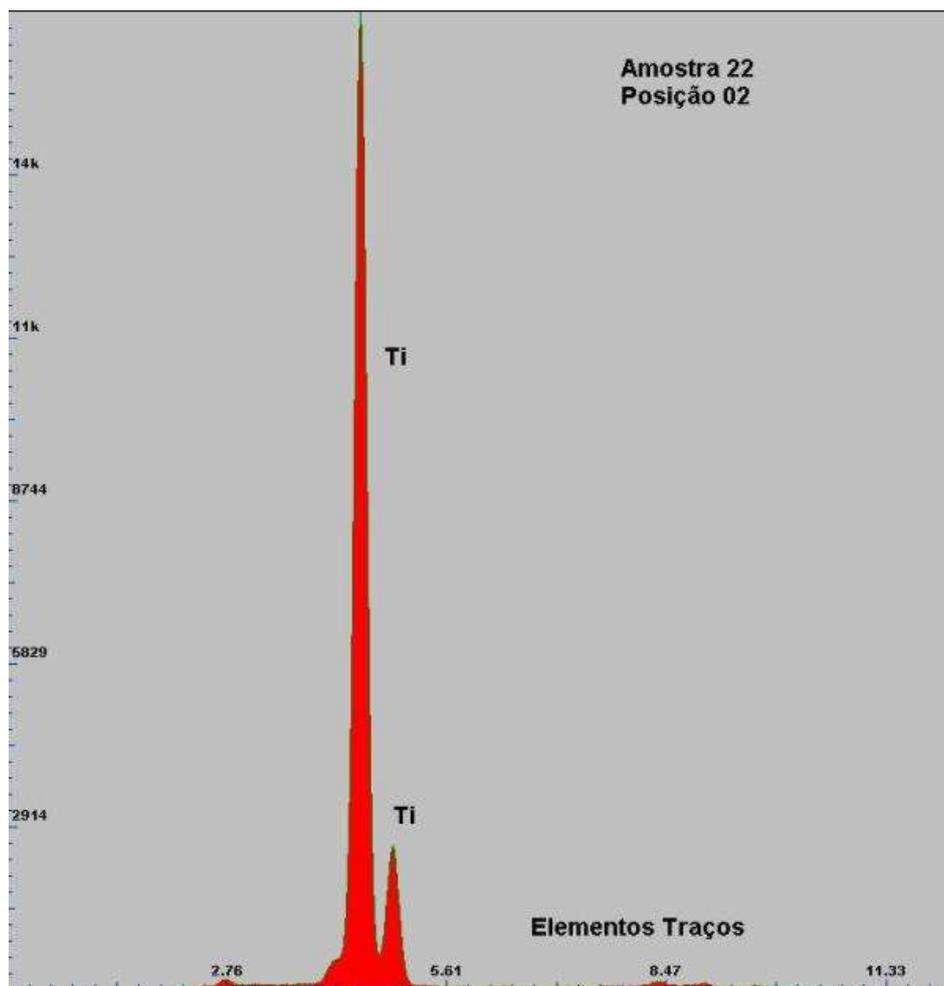
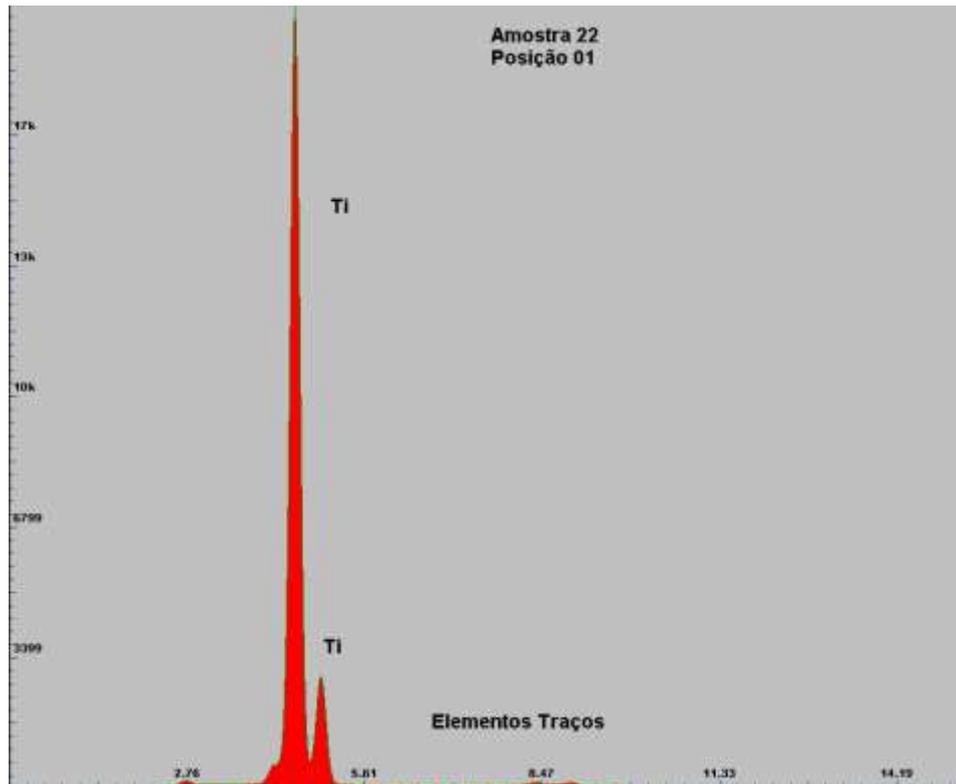


Figura 52 - Espectro dos Elementos – Amostras 22 (Posição 01 e 02)

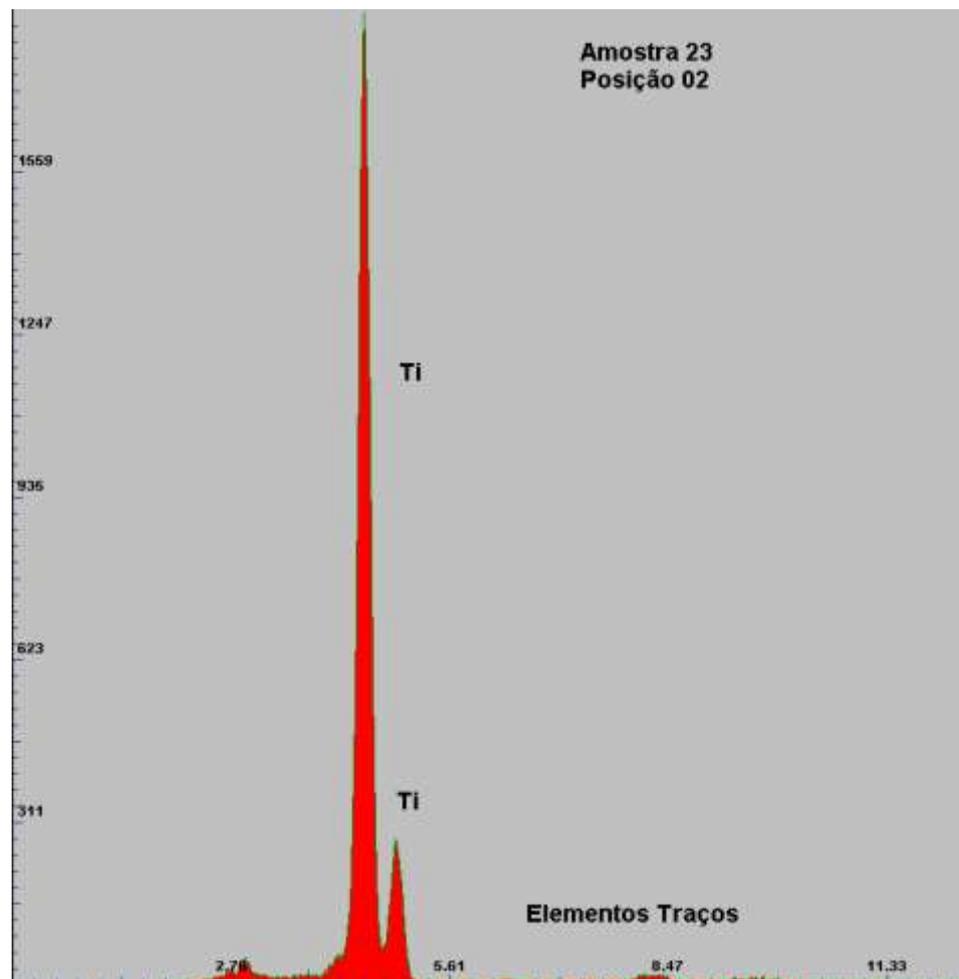
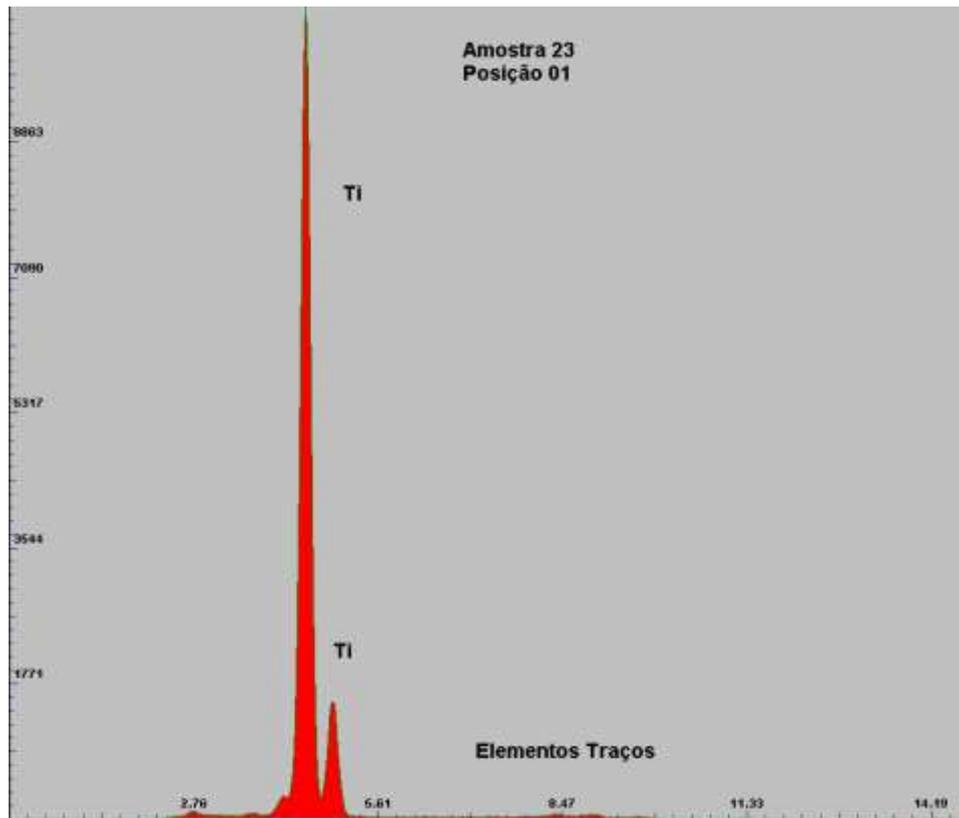


Figura 53 - Espectro dos Elementos – Amostras 23 (Posição 01 e 02)

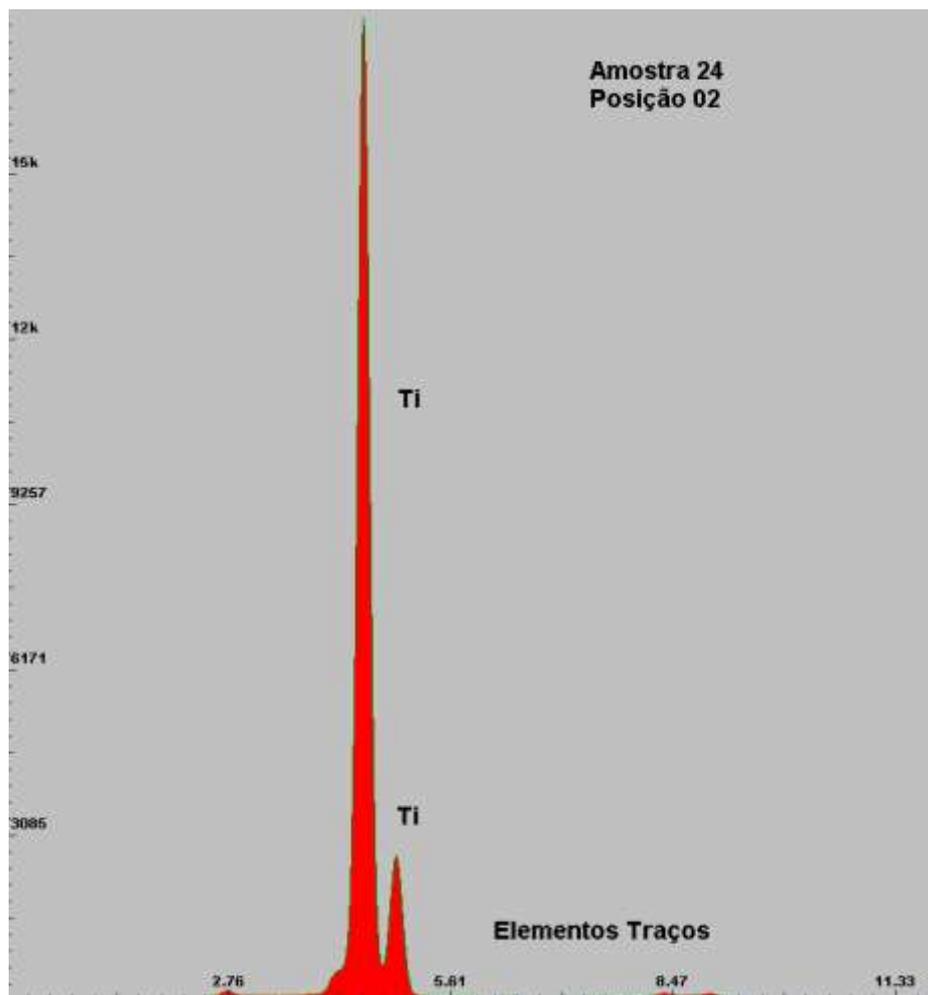
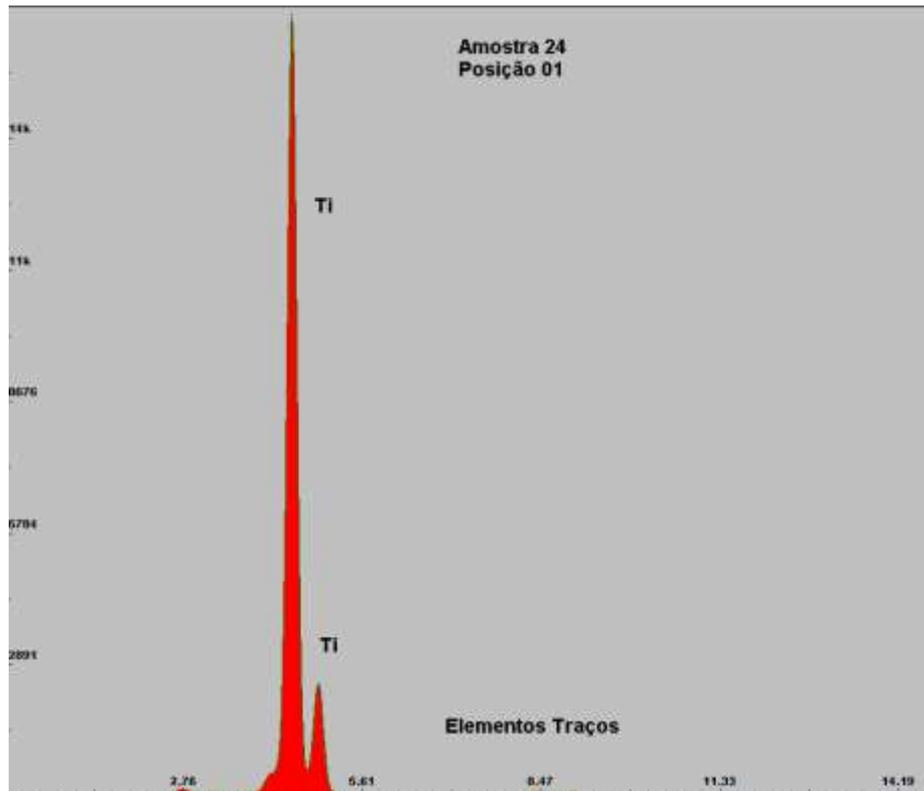


Figura 54 - Espectro dos Elementos – Amostras 24 (Posição 01 e 02)

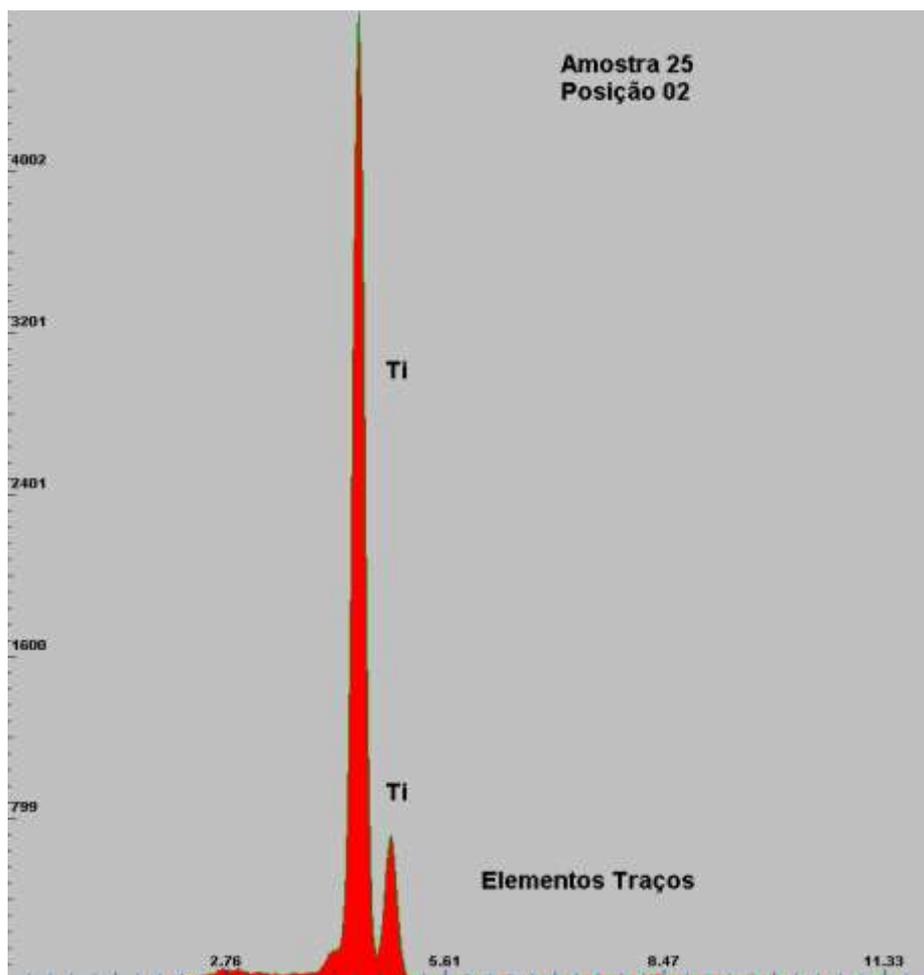
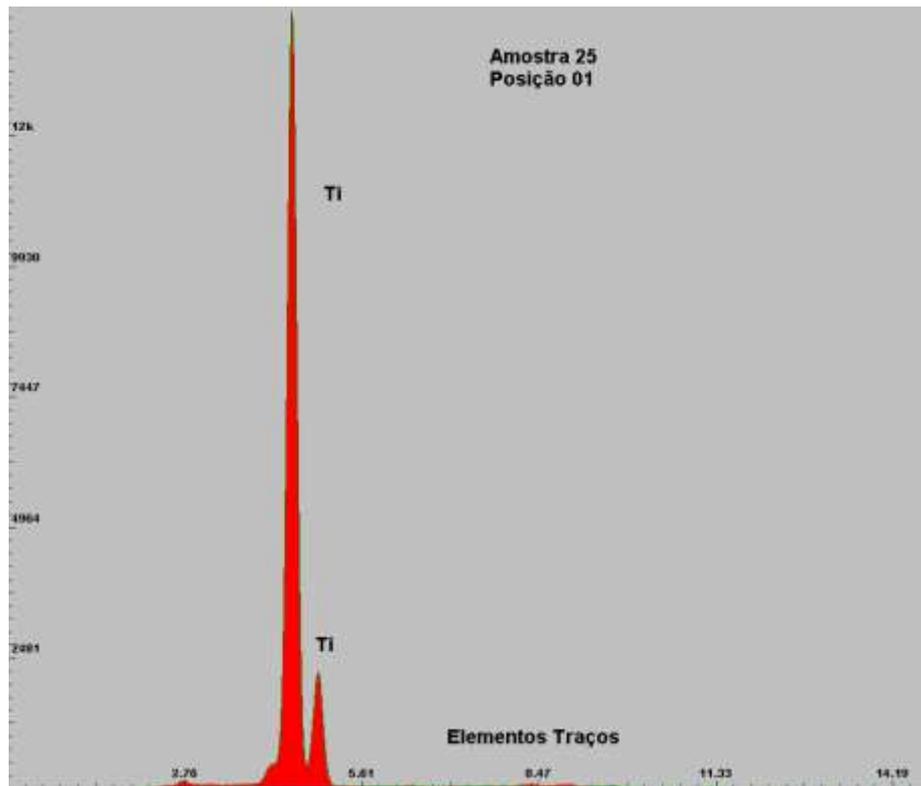


Figura 55 - Espectro dos Elementos – Amostras 25 (Posição 01 e 02)

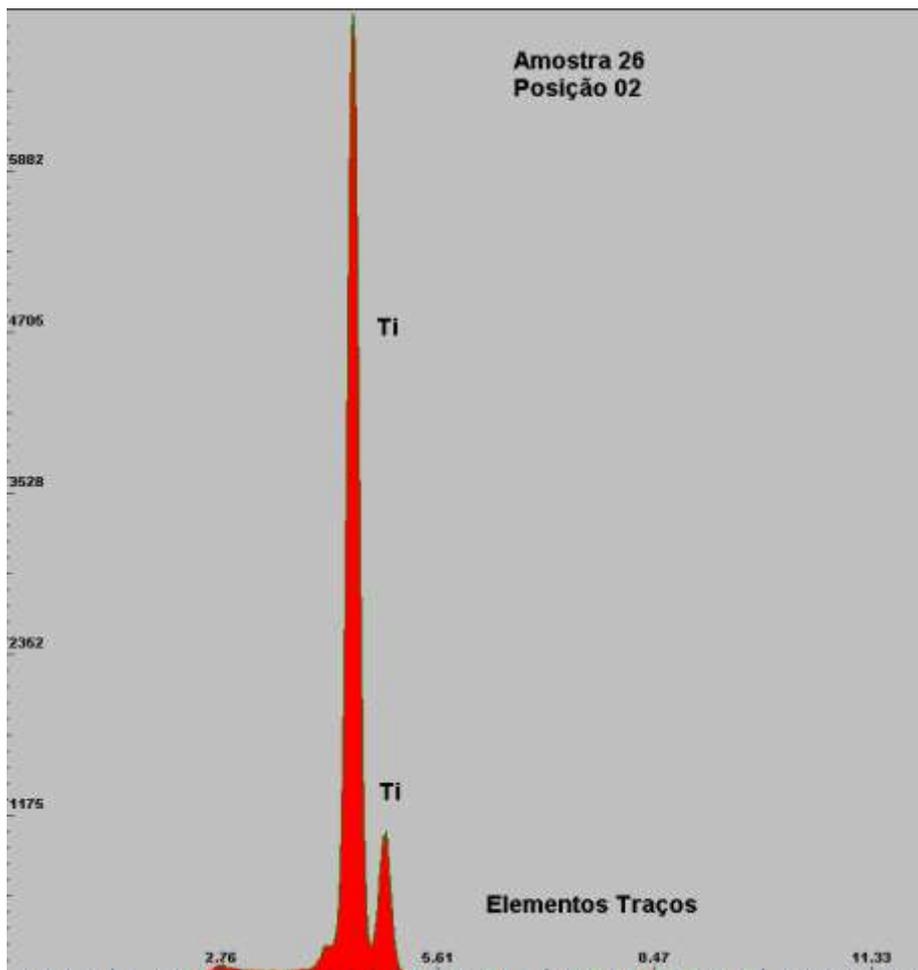
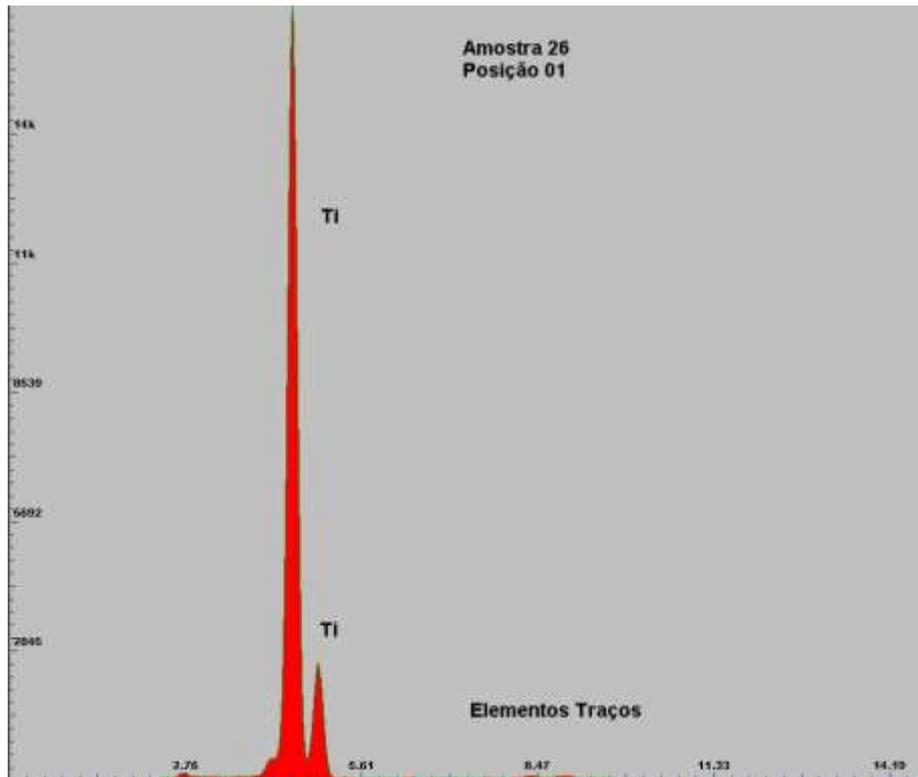


Figura 56 - Espectro dos Elementos – Amostras 26 (Posição 01 e 02)

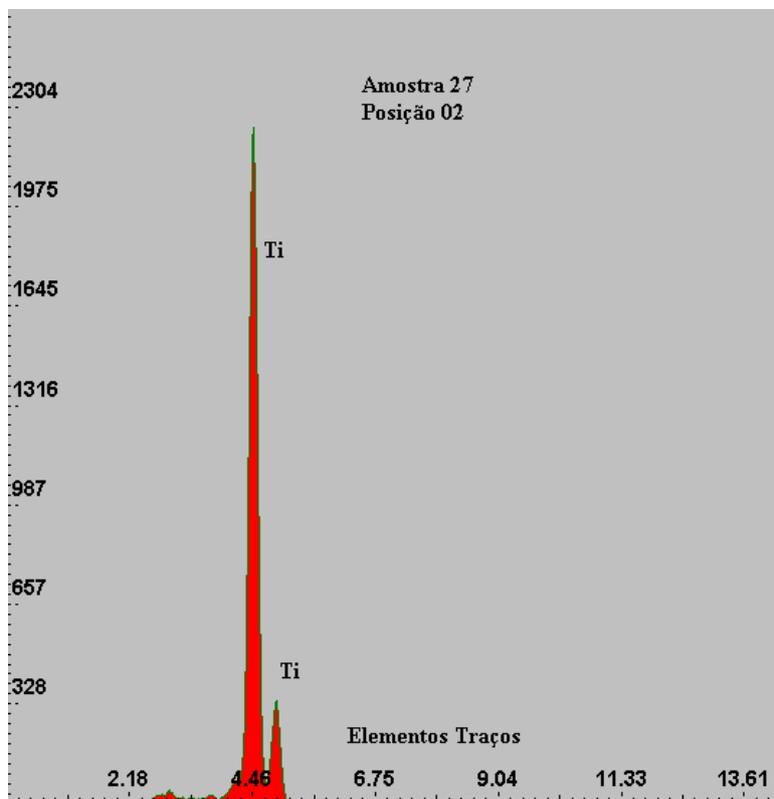
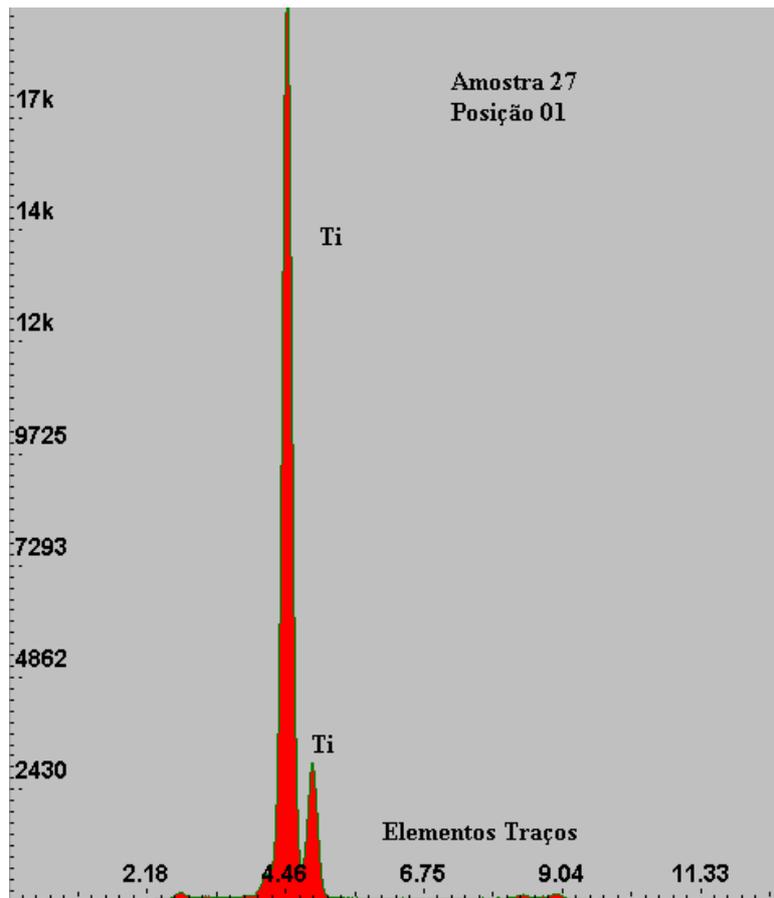


Figura 57 - Espectro dos Elementos – Amostras 27 (Posição 01 e 02)

Os resultados das análises de todos os pinos revelaram quantidades muito pequenas das impurezas neles encontradas e mesmo assim alguns são elementos comuns ao tecido hospedeiro.

Segundo Guindy *et al.* (2004) quando o implante odontológico é feito de titânio com pureza de (99%) e se houver rejeição, ela não está ligada ao biomaterial utilizado e sim a outros fatores, como o sistema imunológico do paciente que identifica um corpo estranho e tenta destruí-lo ou removê-lo do corpo para defender a integridade do indivíduo. De acordo com ele, um implante pode sim ser perdido, porém por mecanismos diferentes que podem ocorrer isolados ou em conjunto.

Alguns dos implantes analisados nos estudos preliminares em 2003 (Tabela 4), de mesmos fabricantes de alguns analisados neste momento, não possuem a pureza preconizada por Bränemark (1983) e Guindy (2004). Já a recente análise, evidenciou uma evolução tecnológica considerável no que se refere à pureza do titânio, pois os implantes utilizados atualmente apresentam na sua composição concentração de Titânio (Ti) superior a 99%, conforme tabelas. Esta constatação revela não somente uma melhoria nos processos de fabricação dos pinos para implantes dentários, como também exclui a possibilidade de rejeição considerando que, as impurezas apresentam-se em nível de traços e dentro dos conhecimentos atuais, não seriam capazes de chamar a atenção do sistema imunológico.

Estudos realizados por Albrektsson *et al.* (1986) mostraram que o sucesso em reabilitação com implantes osseointegrados foi de 85%, em cinco anos, e de 80%, em dez anos e que este sucesso é devido a um conjunto de fatores. Além da pureza do pino de titânio, o planejamento da técnica cirúrgica e um profissional competente são necessários para o sucesso e que os fatores causadores da perda do implante pela não osseointegração, podem estar ligados a sobrecarga de força sobre o implante, infecção ao redor do mesmo e fixação insatisfatória no momento da instalação, técnica cirúrgica inadequada e higiene do campo cirúrgico. Porém, ainda segundo o autor, o tratamento reabilitador, no entanto, para se ter estes índices de sucesso necessita de algumas características comuns: implante imóvel frente à análise clínica; exame radiográfico não demonstrando radiolucidez na interface osso/implante; perda vertical óssea menor do que 0,2mm anuais após o primeiro ano de função; ausência de sinais e sintomas irreversíveis e ou persistentes de: dor, infecção, neuropatias e parestesias.

Estudos desenvolvidos por Journéus *et al.* (1991), mostraram que uma das principais causas de insucessos em implantes são a carga e o desenho de parafusos de

fixação protética para restaurações de implantes unitários. O foco desse trabalho foi o estudo da estabilidade do parafuso, frente às forças oclusais máximas para pacientes com coroas unitárias (as quais usam um só parafuso para estabilizar a reconstrução protética ao implante). As medidas das forças oclusais foram cruzadas com parâmetros geométricos para cada paciente, para determinar a capacidade retentiva do parafuso. Concluiu-se que o parafuso de ouro com torque de 35Ncm obteve os melhores resultados. Portanto, para reduzir o potencial de afrouxamento dos parafusos, os clínicos devem aplicar um torque correto, pois um afrouxamento do parafuso pode causar maiores problemas, como perda óssea ou fratura do implante, além da fratura do próprio parafuso do intermediário. Um torque insuficiente pode permitir a separação da conexão e resultar em fadiga ou afrouxamento do parafuso, quando em função. Um torque excessivo pode causar falha do parafuso ou danificar a sua rosca.

Wilson *et al.* (1993), mostraram também implantes de dois estágios, que apresentam ângulo de noventa graus (como acontece em sistemas de hexágono externo) no encaixe entre as duas partes, (sendo elas o implante e o intermediário), apresentam uma fenda de no mínimo dez micrômetros. E relataram como sendo um acontecimento corriqueiro o aparecimento de fístula gengival, tendo como localização preferencial a interface implante-intermediário. Ainda segundo os autores, deve haver uma relação direta de causa-efeito e que a desadaptação localizada na interface implante-intermediário pode ser um provável agente causal não só de problemas periimplantares (mucosite-periimplantite), como também de perda óssea ao redor de implantes.

Por outro lado, Stefanos *et al.* (2004), analisaram, num período de doze anos, os resultados de reabilitação de 1692 implantes, realizados por profissional competente, biomaterial de alta pureza e com um bom planejamento da técnica cirúrgica. Os autores mostraram ainda que, o índice de sucesso dos implantes nesse período foi de 95,6% e que a periimplantite foi a principal causa dos fracassos posteriores aos implantes.

3.3 – Estudo Estatístico – Método Análise de Componentes Principais – (ACP)

A partir dos dados dos espectros e utilizando o programa “The Unscrambler” v.9.2 da CAMO PROCESS, foram realizadas as análises de componentes principais (ACP). A ACP é um método estatístico de análise multivariada, que procura identificar os comportamentos semelhantes e distintos entre as amostras. A informação relativa ao conjunto de dados originais é sintetizada nos gráficos de *scores* e *loadings*. Através do

gráfico de *loadings* é possível identificar as variáveis que são responsáveis pelos agrupamentos, enquanto o gráfico do *scores* fornece informações sobre as amostras [MARENGO *et al.*, 2005]. Com intuito de avaliar as possíveis semelhanças e diferenças entre as amostras foi aplicada a análise por componentes principais nos espectros obtidos por fluorescência de raios X. Inicialmente, foi realizado um pré-processamento nos dados, normalizando-os e aplicando uma correção de linha de base. A normalização tem a finalidade de aproximar todos os dados à mesma escala, enquanto que a transformação *baseline* é utilizada para corrigir o efeito de linha de base dos espectros das amostras. Então a análise de componentes principais foi aplicada utilizando as contagens obtidas para todo o espectro, ou seja, utilizando 2048 canais como variáveis.

Os resultados obtidos estão apresentados na figura 58, no qual as coordenadas CP1 e CP2 representam a influência positiva das variáveis titânio (Ti). Os resultados mostram o agrupamento das amostras dos pinos de acordo com o fabricante. Observa-se que as amostras 5, 16, 17, 20, 21 e 23 encontram-se no eixo positivo de CP1, indicando uma presença mais elevada de Ti. As amostras 20 e 21 encontram-se mais deslocado no eixo superior, em relação a CP2, indicando que possui maior teor de Fe em relação às outras amostras. Mesmo conseguindo separar os pinos por fabricante, a grande quantidade de Ti presente em todas as amostras predomina na avaliação dos dados. Observa-se também que as amostras 1, 2, 3, 7, 9, 11 e 14 possuem um menor teor Ti, quando comparadas com as outras amostras. Este tratamento foi realizado somente para a posição 01, visto que, para a posição 02, devido à pequena área analisada, as considerações acima estariam incorretas.

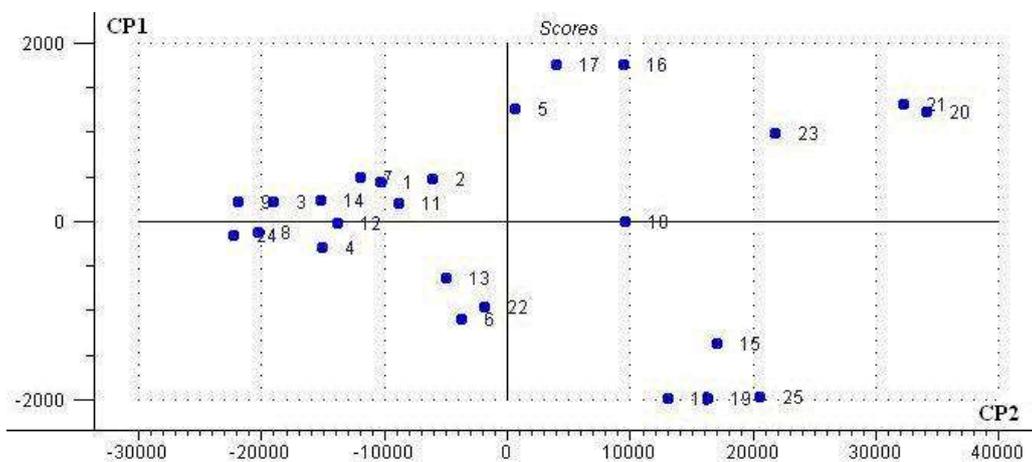


Figura 58 – Tratamento Estatístico / Scores dos espectros - Método ACP

CONCLUSÃO

1 – O sistema de fluorescência de raios X por dispersão de energia é adequado para estudo da composição dos implantes odontológicos.

2- As análises de fluorescência de raios X dos pinos dos vários fabricantes mostraram que o índice de pureza para o Ti é de aproximadamente de 99%, índice preconizado por Guindy *et al.* (2004), e que os elementos “contaminantes” encontrados (Cr, Ca, Fe, Ni e W) se apresentam a nível de traços (<1%).

3- Em função dos resultados obtidos pode-se afirmar que a não osseointegração dos implantes, não foi devido à contaminação dos implantes pelos elementos traços Cr, Fe e Ca.

4- A não osseointegração destes implantes não pode ser atribuída à qualquer tipo de rejeição devido ao biomaterial, mas sim à outros fatores como: higiene do campo cirúrgico inadequada, sobrecarga de força sobre o implante, infecção ao redor do mesmo, fixação insatisfatória no momento da instalação e técnica cirúrgica inadequada.

5- Os resultados das análises de todos os implantes revelaram quantidades muito pequenas das impurezas e mesmo assim alguns são elementos comuns ao tecido hospedeiro.

6- Os estudos preliminares com implantes em 2003, com mesmos fabricantes analisados neste momento, demonstraram não possuírem a pureza preconizada por Bränemark (1983) e Guindy (2004). Já a recente análise, evidenciou uma evolução tecnológica considerável na pureza do titânio, pois os implantes utilizados atualmente apresentam na sua composição concentração de titânio (Ti) superior à 99%.

7- Esta constatação revela não somente uma melhoria nos processos de fabricação dos pinos para implantes dentários, como também exclui a possibilidade de rejeição considerando que, as impurezas apresentam-se em nível de traços e dentro dos conhecimentos atuais, não seriam capazes de chamar a atenção do sistema imunológico.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADELL R, LEKHOLM U, ROCKLER B, BRÅNEMARK PI. A 15-year study of osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. **Int J Oral Surg.**; 10(6): 387-416, 1981.

ADELL R., ERIKSSON B., LEKHOLM U., BRÅNEMARK P.I., JEMT T. Long-term follow-up study of osseointegrated implants in the treatment of totally edentulous jaws. **Int J Oral Maxillofac Implants.** Winter; 5(4):347-59. 1990.

ALBREKTSSON, T. The Response of Bone to Titanium Implants. **Crit. Rev. Biocompatibility.** n. 2, p. 53-84, 1985.

ALBREKTSSON, T. The Interface zone of inorganic implants in vivo: titanium implants in bone. **Ann. Biomed.**, v. 11, n. 5, 1983.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIAS. *Standard recommended practice for surface preparation and marking of metallic surgical implants.* Philadelphia, ASTM. p. 67-95, 2000.

AMPTEK INCORPORATION, *Charge TRAPPING in XR-100T-CdTe/CZT Detectors Application Note* (ANCZT-2 Rev. 2). Disponível em <http://www.amptek.com/anczt2.html>. Acesso em: 20/10/2008a.

AMPTEK INCORPORATION, the MCA-8000A is a full featured, low power multichannel analyzer for use with a wide variety of detector systems. The easy to use 'Pocket MCA' can fit in a shirt pocket. Disponível em <http://www.amptek.com/mca8000a.html>. Acesso em: 20/10/2008b.

ARAÚJO, T. M. Ancoragem esquelética em Ortodontia com minimplantes. **Rev. Dental Press Ortodon. Ortop. Facial**, Maringá, v. 11, n. 4, p. 126-156, jul./ago., 2006.

ASHLEY, E.T., CORVINGTON, L.L., BISHOP, B.G., BREault, L.G. Ailing and Failing endosseous dental implants: a literature review. **J Contemp Dent Pract.** v. 4, n. 2, p. 35-50, May 2003.

BARBOSA, E.P., CARLA, A.R., CARVALHO, W.R. Crestal bone loss around submerged and exposed unloaded dental implants: a radiographic and microbiological descriptive study. **Implant Dent.** v. 11, n. 2, p. 162-9, 2003.

BARBOSA, G.F., FEDUMENTI, R.A. Prótese parcial fixa sobre implante, cimentada ou parafusada? Disponível em: <<http://www.odontologia.com.br/artigos.asp?id=499>>. Acesso em 13/12/2009.

BARBOSA, S.V. *Terapêutica endodôntica*. São Paulo: Santos; 1999. Cap.11: Medicação intracanal, p. 131-7, 1999.

BARRERE, F. Influence of ionic strength and carbonate on the Ca-P coating formation from SBFx5 solution. **Biomaterials.** v. 23, p. 1921-1930, 2002.

BINON, P.P., WEIR, D.J., MARSHALL, J. Surface Analysis of an Original Brånemark Implant and Three Related Clones. **Int J Oral maxillofac Implants.** n. 7, p. 168-175, 1992.

BOSCHI, A. O. O Que é Necessário Para Que um Material Possa Ser Considerado um Biomaterial? In **Seminário Regional de Biomateriais1** Santa Catarina. Anais. Santa Catarina UDESC. p. 4 - 16, 1996.

BRANEMARK, P.I. *Introduction to osseointegration*. In: Brånemark P.I., Zarb G.A., Albrektsson T. Tissue-integrated protheses: osseointegration in clinical dentistry. Chicago: Quintessence. p.11-76, 1985.

BRÄNEMARK, P. I. **Tissue-Integrated Protheses**. Quintessence Publishing co. p. 99 – 116, 1986.

BRÄNEMARK P-I., GRÖNDAHL K., BRÄNEMARK B.K. *Why osseointegration would work and how it did in the first patients treated. Basic facts and philosophical thoughts.* In: Bränemark P-I. The osseointegration book. Berlin: Quintessenz Verlags-GmbH; 2005.

BRESCIANI FILHO, E. *Seleção de Metais não Ferrosos.* 2 ed. Campinas SP. Editora da UNICAMP, 1997.

BUSER in LOTUFO, R. F., LASCALA Jr., N. T. Coordenadores **Periodontia e Implantodontia – Desmistificando a Ciência.** São Paulo: Artes Médicas, p. 445 - 450. 2003.

CELENZA, F.; HOCHMAN, M. N. Absolute anchorage in orthodontics: direct and indirect implant - assisted modalities. **J Clin Orthod Boulder**, v. 34, n. 7, p. 397 - 402, July 2000.

CHANG Y. S.; GU HO; KOBAYASHI M.; OKA M. Influence of Various Structure Treatments on Histological Fixation of Titanium Implants. **The Journal of Arthroplasty.** v. 13, n. 7, p. 816-25, oct. 1998.

CONSOLARO A., SANTÁNA, E., FRANCISCHORE, C.E.J., CONSOLARO, M.F.M.O. Mini-implantes pontos consensuais e questionamento sobre seu uso clínico. **R. Dental Press Ortodon Ortop. Facial.** v. 13, n. 5, p. 20-27, 2008.

CONTIGIANI, N. Etiologia de las enfermedades periimplantarias. **Rev Pilares.** v. 8, n. 4, p. 17-20, 2000.

DECLERCQ, H.A., Calcification as an indicator of osteoinductive capacity of biomaterials in osteoblastic cell cultures. **Biomaterials.** v. 26, p. 4964 - 4974, 2005

EISBERG, R.; RESNICK, R. *Física Quântica: átomos, Moléculas, Sólidos, Núcleos e Partículas.* 1ª Edição. Rio de Janeiro: Campus, 1979.

ELIAS, C.N. Limpeza e Preparação de Superfície de Implantes Osseointegráveis Máster Screw. **Rev. Bras. de Implantodontia,** v .5, n. 2, p.10-12, 1999.

ERICSSON I, PERSON LG. Different types of inflammatory reactions in periimplant soft tissue. **J Clin Periodontol** (22): 255-61, 1995.

FAVERO, L., BROLLO, P., BRESSAN, E. Orthodontic anchorage with specific fixtures: related study analysis. **Am J Orthod Dentofacial Orthop.** v. 122, p. 84-94, 2002.

FENG, B. Characterization of titanium surfaces with calcium and phosphate and osteoblast adhesion. **Biomaterials.** v. 25, p. 3421-3428, 2004.

FIGUEIREDO, C.M.S. Doença periodontal em implantes ósseo-integrados. Disponível em: <http://www.odontologia.com.br/artigos.asp>. Acesso em 13/09/2008.

FRITZ, V., EHMER, A., DIEDRICH, P. Clinical suitability of titanium microscrews for orthodontic anchorage: preliminary experiences. **J Orafac Orthop.** v. 65, n. 5, p. 410-418, 2004.

FRAKER, A. O. *Corrosion of metallic implants and prosthetic devices.* In American Society for Test and Metals handbook 9 ed Ohio. ASTM. v. 13, p. 1324-35, 1987.

GRAY, J. B.; SMITH, R. Transitional implantes for orthodontic anchorage. **J Clin Orthod** v. 34, n. 11, p. 659-666, Nov 2000.

GIAVARESI G., & COLS. Histomorphometric and Microhardness Assesments of Sheep Cortical Bone Surrounding Titanium Implants With Different Surface Treatments. **J Biomed Mater Res.** v. 67, n. 1, p. 112-20, 2003.

GUINDY, J. S. Corrosion at the marginal gap of implant-supported superstructures and implant failure. **Int .J Oral Maxilofac Implants,** v. 19, n. 6, 2004.

HALLIDAY D., RESNICK R., WALKER J., *Fundamentos de Física vol.2: Gravitação, Ondas e Termodinâmica.* 7ª Edição. Rio de Janeiro: Ed. LTC, 2006.

HAMADA, K. Hydrothermal modification of titanium surface in calcium solutions. **Biomaterials.** v.23. p.2265-2272. 2002.

HE, G. HAGIWARA, M. Ti alloy design strategy for biomedical applications. **Materials Science and Engineering**. v. 26, p.14-19, 2006.

HOBKIRK, J.A. & WATSON, R.M. Color atlas and text of dental and maxillo-facial implantology”, London: Mosby-Wolfe, 1996.

HORINO Y., MOKUNO Y., NARUSAWA T., KUWABARA S., SHIBATA S., SOEJIMA H. Development of a wavelength dispersive x-ray Fluorescence spectrometer using a multi-capillary X-ray lens for x-ray detection. **Advances in X-ray Analysis**. v. 46, p. 346-351, 2003.

Implante instalado, disponível em www.srimplante.com.br Acesso em: 11/04/2010

JANSSENS, K. & van GRIEKEN, R. *Non-destructive microanalysis of cultural heritage materials*. 1th Ed. Amsterdam: Ed. Elsevier, 2004.

JOHNS R. A *Very Cornish tribute to two remarkable Scientists, the Revd. William Gregor and Professor Per-Ingvar Bränemark* in: Bränemark P-I., editor. The osseointegration book. Berlin: Quintessenz Verlags-GmbH. p. 13-18, 2005.

JOURNÉUS L. Loads and Designs of Screw Joints for Single Crowns Supported by Osseointegrated Implants. **Int. J. Oral Maxilofac Implants**, v. 7, p. 353-359, 1992.

KANOMI, R. Mini-implant for orthodontic anchorage. **J Cling Orthodox**. v. 31, n. 11, p.763- 767, 1997.

KLEISNER J, MARINELLO CP. Prevention of bacterial colonization on components in vivo by a topical metronidazol gel. **Acta Med Helv**. 1:11, 1996.

KNOLL, G.F. *Radiation Detection and Measurement*. 3th Ed. New York: Ed. John Wiley & Sons, 2000.

KHOURY, A.,V. *Fluorescência de Raios X por dispersão de Energia Aplicada à caracterização de Tijolos de Sítios Históricos de Pernambuco*. Dissertação de

Mestrado, Departamento de Energia Nuclear, Universidade Federal de Pernambuco, 2010.

LEKHOLM U, GUNNE J, HENRY P, HIGUCHI K, LINDEN U, BERGSTROM C, VAN STEENBERGHED. Survival of the Brånemark implant in partially edentulous jaws: a 10-years prospective multicenter study. **Int J Oral Maxillofac Implants.**; 14(5):639-45. Sep-Oct, 1999.

LEE, J. S.; PARK, H.; KYUNG, H. Micro-implant anchorage for lingual treatment of a skeletal class II malocclusion. **J cling Orthodox.** v. 35, n.10, p. 643-647, 2001.

MARASSI, C; LEAL, A; HERDY, I.L.; CHIANELLI, O.; SOBREIRA, D. O uso de mini-implantes como auxiliares do tratamento ortodôntico. **Ortod SPO**, v. 38, n .3, p. 256, jul/set 2005.

MARENCO, E.; ACETO, M.; ROBOTTI, E.; LIPAROTA, M. C. ; BOBBA, M.; PANTÒ, G. Archaeometric characterization of ancient pottery belonging to the archaeological site of Novalesa Abbey (Piedmont – Italy) by ICP-MS and spectroscopic techniques coupled to multivariate statistical tools, **Analytica Chimica Acta** v. 537, p. 359-375, 2005.

Mecanismo de rejeição, disponível em www.bolivar.odo.br Acesso em: 20/03/2010.

MIYAWAKI, S.; KOYAMA, I.; INOUE, M.; MISHIMA, K; SUGAHARA, T.;TAKANOYAMAMOTO, T. Factors associated with the stability of titanium screw placed in the posterior region for orthodontic anchorage. **Am J Orthod Dent Orthop**, v. 124, n. 4, p. 373 - 378, 2003.

MOXTEK INCORPORATION, *Manual 40 kV Magnum X-ray Tube*. Disponível em: <<http://www.moxtek.com/x-ray/ftc200.html>> Acesso em: 10/10/2008.

NASCIMENTO FILHO, V. *Técnica de fluorescência de raios x e suas variantes*. Centro de Energia Nuclear na Agricultura – Universidade de São Paulo, São Paulo, p. 204-207, 1999.

PARR, G. R.; GARDNER, L. K.; TOTH, R.W. Titanium: the mystery metal of implants dentistry; dental materials aspects. **J. prosth. Dent.** 54 (3), p. 410- 414, 1985.

PERSON, L.G., LEKHOLM, A., DAHEN, G. Bacterial colonization on internal surface of Branemark System. **Implants Component.** 1996.

Peça protética, disponível em www.bolivar.odo.br Acesso em: 18/04/2010.

SANTOS, R. B., *Microfuração com laser pulsado.* Tese de M.Sc., Instituto Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

SEONG-HUN, K., SHIN-JAE, L., IL-SIK, C., SEONG-KYUN, K., TAE-WOO, K. Rotational Resistance of Surface-Treated Mini-Implants. **The Angle Orthodontist:** v. 79, n. 5, p. 899-907, 2009.

SCHNELLE, M. A.; BECK, FM.; JAYNES, R.M.; HUJA, S.S. Radiographic evaluation of the availability of bone for placement of miniscrews. **Angle Orthod Appliton,** v. 74, n. 6, p. 830 - 835, 2004.

SHIBLI, J.A.; MARCANTONIO, E.; D'AVILA, S.; GUASTALDI, A.C.; MARCANTONIO, E. *Analysis of failed commercially pure titanium dental implants: a scanning electron microscopy and energy-dispersive spectrometer x-ray study.* **J. Periodontol;** v. 76, n. 7, p. 1092-9, Jul. 2005.

SILVA, J.C., *Estudo Comparativo de Superfícies de Titânio Utilizadas em Implantes,* Dissertação de mestrado, Universidade Federal do Paraná, 60p., 2006.

SILVA, J.C., FURUKITA, S. K., OLIVEIRA, T. V. Análise Comparativa de Superfície de Cinco Implantes de Ósseo-Integração. In: **Congresso Internacional de Odontologia de Ponta Grossa.** p. 27, Set. 2000.

SILVA, J.D. & PERES, F. Implantes e ortodontia. **Portugal Implantodontia.** v. 1, p. 19- 23, dez 2003.

SIMON, M. & Cols. Corrosion Resistance and Biocompatibility of a New Porous Surface for Titanium Implants. **European Journal of Oral Sciences**. v. 113 Issue 6, p. 537-545, 2005

Tecido fibroso, disponível em www.blog.implantesorais.com.br Acesso em: 18/03/2010.

TERTIAN, R. & CLAISSE, F. – *Principles of Quantitative X-Ray Fluorescence Analysis*. London: Ed. Heyden & Son Ltda, 1982.

TABA Jr. & COLS. Radiographic Evaluation of Dental Implants with Different Surface Treatment: an Experimental Study in Dogs. **Implant Dentistry**. v. 12, n. 3, p. 252-8, 2003.

VAN STEENBERGHE D, LEKHOLM U, BOLENDER C, FOLMER T, HENRY P, HERRMANN I, e Applicability of osseointegrated oral implants in the rehabilitation of partial edentulism: a prospective multicenter study on 558 fixtures. **Int J Oral Maxillofac Implants**. v. 5, n. 3, p. 272-81, 1990.

WEHRBEIN, H.; GOLLNER, P. Skeletal anchorage in Orthodontics-basics and clinical application. **J. Orifice. Orthop.**, München, v. 68, n. 6, p. 443-461, 2007.

WEHRBEIN, H. & DIEDRICH, P. Endosseous titanium implants during and after orthodontic load--an experimental study in the dog. **Clin Oral Implants Res**. v. 4, n. 2, p. 76-82, Jun. 1993.

WILLIAMS, D. F. *The Williams dictionary of biomaterials*. Liverpool University Press.1999.

ANEXO I

Solicitação aos colegas dentistas e alunos de cursos, para doação dos implantes não osseointegrados para análise e processamento.



Departamento de Engenharia Nuclear - UFMG
Programa de Pós-Graduação em Ciências e Técnicas Nucleares

INTRODUÇÃO

Infelizmente, milhões de brasileiros são acometidos pela perda de um ou mais dentes, que acarretam uma série de importantes conseqüências. De imediato, a mastigação, a fala e a sociabilidade da pessoa ficam prejudicados, tirando sua confiança ao falar, rir ou sorrir.

Em médio e longo prazo, prejudica a posição de todos os dentes da boca, devido a um deslocamento lento dos outros dentes após a perda de um elemento dentário, além de problemas ósseos e gengivais.

Até algum tempo atrás, a única solução para a perda dos dentes era a utilização de próteses fixas ou móveis (dentaduras, coroas, pontes, etc.).

Atualmente, modernas técnicas de implante dentário permitem corrigir essas perdas e devolver a função, sociabilidade e estética destes pacientes.

Um implante dentário é uma estrutura de titânio, que implantado e aderido ao osso, funciona como a raiz do dente. Após o implante estar completamente aderido, processo que é chamado de osseointegração é possível colocar uma prótese sobre essa base.

A implantologia tem incentivado a pesquisa de biomateriais para essa finalidade, bem como a pesquisa das reações que ocorrem na interface tecido-implante. Estas pesquisas passaram a se concentrar em materiais e projetos, visando acelerar a osseointegração, ou seja, diminuir o tempo necessário para a aposição óssea.

Recentemente, uma das propriedades bastante estudadas é o grau de pureza dos implantes, que influenciará decisivamente no grau de osseointegração e sucesso a longo prazo deste implante. É a propriedade que será avaliada nesta tese de mestrado com a utilização de duas técnicas de análise.

METODOLOGIA

Uma das técnicas realizadas para a análise do grau de pureza é a Fluorescência Raios-X por Dispersão de Energia (ED-XRF). Esta técnica multielementar de análise é baseada na medida das intensidades dos raios-X característicos emitidos pelos elementos químicos componentes da amostra, quando devidamente excitada.

A utilização de um detector semi-condutor com sua eletrônica associada é capaz de discriminar raios-X de energias próximas. Esta técnica é utilizada principalmente para amostras sólidas, permitindo a determinação simultânea ou sequencial da concentração de vários elementos, sem a necessidade de destruição da amostra, ou seja, de modo instrumental, sem nenhum pré-tratamento químico.

Uma segunda técnica é a Espectrometria de Massa Associada a uma Fonte de Plasma (ICP-MS) onde, as amostras sob forma líquida, após serem nebulizadas, são transportadas sob forma de aerosol ao plasma indutivo com o gás argônio, de energia de ionização elevada, capaz de ionizar a maioria dos elementos da Tabela Periódica. Os íons de mesma relação (m/Z) são detectados e armazenados em um sistema de tratamento informatizado.

Assim, podemos detectar simultaneamente mais de 110 metais ao analisar a pureza da superfície do implante e determinar cada metal presente na amostra analisada. Os implantes não sofrem qualquer avaria na sua composição podendo ser até mesmo lavados ou escovados.

Serão avaliados implantes que não sofreram osseointegração, ou seja, que foram instalados e seguidamente perdidos, além de implantes novos, abertos e diretamente analisados, chamados implantes de “prateleira”.

OBJETIVOS

O objetivo principal é o estudo da pureza de pinos de Ti utilizados em implantes dentários, buscando:

- ✓ Determinar qual(is) fabricante(s) apresenta(m) grau de pureza dentro dos padrões aceitáveis e, em caso contrário, apresentar os metais identificados e sua amostragem encontrada.

- ✓ Estudar a composição química de pinos utilizados em implantes odontológicos produzidos por diversos fabricantes.
- ✓ Estudar a composição química dos pinos que foram usados em implante e que houveram rejeição por parte dos pacientes.
- ✓ Estabelecer uma relação entre as impurezas encontradas na composição dos pinos e a resposta biológica adversa.
- ✓ Estabelecer uma relação entre os pinos rejeitados e o fabricante.

Como objetivo final, objetiva-se elaborar um estudo que possa vir a ser determinante na melhor produção ou fabricação dos implantes dentários, pois reduzirá assim, os índices de falhas e conseqüentes perdas dos implantes.

SOLICITAÇÃO

Solicito aos Cirurgiões-Dentistas colegas, clínicas, coordenadores e alunos de curso de aperfeiçoamento, especialização, mestrado ou doutorado em implantes que participem desta pesquisa de grande valia para a implantologia, entrando em contato com o Dr. Gabriel Severo, autor deste projeto e aluno do mestrado neste departamento, quando por qualquer dos fatores de insucesso, tiverem posse de algum implante perdido ou não osseointegrado.

Peço apenas que, independente da forma que será feito o envio deste implante, que ESTES IMPLANTES SEJAM IDENTIFICADOS DE QUAL FABRICANTE SÃO.

Contatos:

Email: gabrielsevero@uol.com.br

Telefones: (31) 3495-2136 / 3491-5964

(73) 3613-3017 / 8817-4277

Ou entrem em contato diretamente com a secretaria do departamento no endereço ou telefones abaixo, ou simplesmente encaminhem como sedex a cobrar, sem qualquer custo por participar com esta pesquisa.

**1 Av. Antônio Carlos, 6627 Campus UFMG – PCA 1 - Anexo Engenharia
2 Pampulha – Belo Horizonte – MG – CEP: 31.270-901 – Fone: 031-3409-6660 / 3409-6662**

Muito Obrigado desde já pela colaboração. Atenciosamente,

Gabriel Guimarães Severo
Especialista em Implantodontia (ABO-MG)
CRO-BA 7664

ANEXO II

GLOSSÁRIO TERMOS MÉDICO - ODONTOLÓGICOS

Glossário

- Anaeróbios - que vivem na ausência de oxigênio
- Biocompatível - que tem comprovada compatibilidade aos tecidos biológicos
- Biofixação - fixação do implante ao tecido biológico
- Biomateriais - materiais que são aceitos pelos tecidos biológicos sem reação adversa
- Carcinogênico - que origina células cancerosas
- Ductilidade - facilidade em ser moldado
- Edêntulo - sem dentes
- Efeito fotoelétrico - efeito de emissão de luz quando um fóton é absorvido e um elétron é ejetado
- Enxertos ósseos - transposição óssea. Instalação de tecido ósseo de uma área doadora em outra área receptora.
- Espectro - distribuição das radiações eletromagnéticas em função do comprimento de onda
- Etiológico - que origina, que determina a origem
- Exodontia - retirada do dente
- Fibroblastos - células do tecido conjuntivo responsável pela produção de fibras
- Fíbula - osso da perna, lateralmente à tíbia
- Fluorescência - conversão de alguma forma de energia em radiação visível
- Fóton - unidade de luz, onda eletromagnética
- Hemidesmossoma - diferenciação da membrana basal de células de revestimento
- Histomorfométrica - mede o tecido a nível histológico e morfológico
- Implantodontia - implantação de dente
- Implantologia - ciência que estuda a implantação tecidos e órgãos como dentes
- Macrófagos - células fagocitárias do tecido conjuntivo com função imunológica
- Metrologia - conhecimento de medidas
- Mucosite - inflamação da mucosa
- Neoformação - nova formação tecidual
- Neuropatia - distúrbio nervoso
- Ortodontia - ramo da Odontologia que se ocupa da prevenção e correção da posição dos dentes ou problemas faciais
- Ortodôntico - relativo à ortodontia

- Ortopédico - que se ocupa da prevenção ou restauração anatômica e ou funcional do esqueleto e formações associadas ao esqueleto
- Osseointegração - integração do implante com o osso recém formado sem crescimento de tecido fibroso
- Osteoblastos - células ósseas jovens, em desenvolvimento e não diferenciadas
- Osteócitos - célula óssea madura
- Osteoclasto - célula óssea responsável pela destruição / remodelação do osso
- Osteogênese - trata da formação e formação do osso
- Osteolítico - referente à destruição do tecido ósseo
- Parestesia - distúrbio em que o paciente apresenta sensações anormais de formigamento, queimadura e outras não causadas por estímulo do exterior
- Periimplantar - em torno do implante
- Periimplantite - inflamação do tecido em torno do implante
- Periodôntico - relativo ao periodonto
- Periodonto - conjunto formado por osso em que está implantado um dente
- Periodontite - inflamação no periodonto
- Periodontoclasia - degeneração do periodonto
- Periodontopatia - qualquer condição mórbida do periodonto
- Perióstio - revestimento conjuntivo externo do osso
- Propriedade osteoindutiva - capacidade de estimular a proliferação de células precursoras que se diferenciarão em células ósseas
- Prótese radicular - prótese de raiz dentária artificial
- Radiação - qualquer processo físico de emissão e propagação de energia
- Radiação gama - emissão de ondas eletromagnéticas de pequeno comprimento de onda, emitida num processo de transição nuclear ou de aniquilação de partícula
- Radiolucência - emissão de luz
- Raios-X - radiação eletromagnética de comprimento de onda entre 10^{-8} e 10^{-11}
- Rugofilia - afinidade a superfícies rugosas
- Tecido fibroso - tipo de tecido conjuntivo rico em fibras colágenas
- Tonicidade - condição em que os tecidos orgânicos mostram-se saudáveis e vigorosos
- Subperiostal - localizado abaixo do revestimento conjuntivo externo do osso
- Superfície anodizada - recoberta por uma camada superficial protetora de óxido/oxidação anódica especial