

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE SAÚDE E TECNOLOGIA RURAL
UNIDADE ACADÊMICA DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS
BACHARELADO EM ODONTOLOGIA**

ANNY MIRENE ALVES MOREIRA

**AVALIAÇÃO DA BIOATIVIDADE DE LIGAS DE NITI TRATADAS A LASER
PARA APLICAÇÃO EM IMPLANTES DENTÁRIOS**

PATOS-PB

2014

ANNY MIRENE ALVES MOREIRA

**AVALIAÇÃO DA BIOATIVIDADE DE LIGAS DE NITI TRATADAS A LASER
PARA APLICAÇÃO EM IMPLANTES DENTÁRIOS**

Trabalho de Conclusão de Curso (TCC) apresentado à Coordenação do Curso de Odontologia da Universidade Federal de Campina Grande – UFCG como parte dos requisitos para obtenção do título de Bacharel em Odontologia.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Carmem Dolores de Sá Catão

PATOS-PB

2014

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DO CSRT DA UFCG

M835a Moreira, Anny Mirene Alves
 Avaliação da bioatividade de ligas de Niti tratadas a laser para aplicação
 em implantes dentários / Anny Mirene Alves Moreira. – Patos, 2014.
 60f.: il. color.

 Trabalho de Conclusão de Curso (Odontologia) – Universidade Federal
 de Campina Grande, Centro de Saúde e Tecnologia Rural, 2014.

 “Orientação: Profa. Dra. Carmem Dolores de Sá Catão”

Referências.

1. Apatitas. 2. Implantes dentários. 3. Laser. 4. Osseointegração
- I. Título.

CDU 616.314-089.843

ANNY MIRENE ALVES MOREIRA

**AVALIAÇÃO DA BIOATIVIDADE DE LIGAS DE NITI TRATADAS A LASER
PARA APLICAÇÃO EM IMPLANTES DENTÁRIOS**

Trabalho de Conclusão de Curso (TCC) apresentado à Coordenação do Curso de Odontologia da Universidade Federal de Campina Grande – UFCG como parte dos requisitos para obtenção do título de Bacharel em Odontologia.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Carmem Dolores de Sá Catão

Aprovado em 13 / 08 / 2014

BANCA EXAMINADORA

Carmem Dolores de Sá Catão

Prof.^a Dr.^a Carmem Dolores de Sá Catão - Orientadora
Universidade Federal de Campina Grande – UFCG

Maria Carolina Bandeira Macena Guedes

Prof.^a Dr.^a Maria Carolina Bandeira Macena Guedes - 1º Membro
Universidade Federal de Campina Grande – UFCG

Rachel de Queiroz Ferreira Rodrigues

Prof.^a MSc. Rachel de Queiroz Ferreira Rodrigues - 2º Membro
Universidade Federal de Campina Grande – UFCG

Dedico este trabalho aos meus amados pais Antônio Dias Moreira e Josefa Alves Moreira, por sempre me apoiarem com amor incondicional, e por serem exemplos de fé, coragem, perseverança, amor e dedicação. Toda conquista em minha vida sempre será dedicada a vocês!

AGRADECIMENTOS

É chegada a etapa da minha trajetória em que consolido uma das maiores realizações da minha vida. Neste momento passam-me mil coisas em mente. Momentos de alegria e desespero, noites em claro e distância das pessoas amadas, mas, sobretudo, aprendizado e amadurecimento.

Agradeço a Deus por esta conquista, pois sem Ele não haveria razão de ser; agradeço-Lhe por estar sempre e incondicionalmente ao meu lado, por ter me sustentado e guiado para alcançar este objetivo que foi plano Teu. Sem meu Deus nenhum dos meus dias teriam sentido, nenhum dos meus atos seriam bem-sucedidos e todos os meus planos seriam em vão. “Grande é o Senhor e mui digno de ser louvado (Salmos 48,1).”

Ao meu pai, Antônio Dias Moreira, serei eternamente grata pelos ensinamentos e educação que me tornaram a pessoa que sou hoje. A minha mãe, Josefa Alves Moreira (Neta), agradeço pelo exemplo de vida, por sua coragem e pelo esforço para que esse meu sonho se tornasse realidade. Obrigada meus Heróis!

A minha querida irmã Joseanny Muriel Alves Moreira, obrigada por sua companhia, amor, e por sempre me defender. Você é a melhor amiga que eu poderia ter.

Aos meus avós Jorge Ignácio da Silva e Luiza Campos da Silva, Joaquim Moreira Neto e Delvita Francelina Moreira (*in memoriam*), meus sinceros agradecimentos por me ensinarem que é possível transformar nossos sonhos em realidade com perseverança e dedicação. Que por mais árdua que seja a luta, por mais distante que um ideal se apresente, por mais difícil que seja a caminhada, existe sempre uma maneira de vencer. A nossa Fé.

A Rivanilson da Silva Rodrigues, o meu namorado e anjo da guarda, gostaria de dizer que não teria conseguido sem sua força, amor, carinho, paciência e compreensão. Amo você meu lindo.

Obrigada a todos os meus familiares pelo amor, apoio e acolhimento que sempre me deram, especialmente a minha madrinha Maria das Dores Campos da Silva e a minha tia Lucineide Pessoa Moreira.

A minha querida orientadora e amiga Prof.^a Dr.^a Carmem Dolores de Sá Catão, pelos ensinamentos, dedicação e paciência para a realização deste trabalho, bem como pela disponibilidade em todos os momentos, e por acreditar em mim oferecendo-me muitas oportunidades ao longo do curso, inclusive minhas primeiras atividades científicas. Saiba que sempre terá minha admiração e amizade.

A Prof.^a Dr.^a Maria Carolina Bandeira Macena Guedes, pela disponibilização em ajudar e pelos conhecimentos e experiências agregados nesse trabalho.

A Prof.^a MSc. Rachel de Queiroz Ferreira Rodrigues, pelos conhecimentos adquiridos com sua experiência e orientações nas minhas atividades científicas.

Também agradeço imensamente a família do meu namorado, representados por Eridan da Silva Rodrigues e José Rodrigues Alves, que sempre me apoiaram e contribuíram para esta conquista. Vocês são meus segundos pais.

Muito obrigada aos amigos irmãos (sintam-se alcançados sem precisar que eu cite nomes para não ser injusta) pelo companheirismo, pelos inúmeros momentos de felicidade e alegria.

Ao meu querido amigo/irmão Jamesson de Macêdo Andrade, agradeço por sua amizade, companheirismo e dedicação expressos durante todo curso. Obrigada pela paciência que tivestes sendo meu parceiro de clínica. Sempre terá minha amizade.

A todos os mestres que passaram pela minha vida estudantil, a quem admiro pela reconhecida importância na minha formação intelectual, especialmente aos mestres do curso de Odontologia da UFCG.

Aos funcionários da UFCG, representados por Damião, agradeço por toda atenção dispensada durante a minha graduação em Odontologia.

Sou grata às inúmeras pessoas que fizeram parte desta jornada e que em muito me ajudaram para que hoje eu me tornasse uma formanda. Todos vocês que agem em minha vida como companheiros, protetores e anjos, responsáveis pelo alicerce da construção da minha história, saibam que esta vitória também é de vocês. Obrigada a todos porque sem vocês nada disso seria possível.

“Todas as coisas concorrem para o bem daqueles que amam a Deus.”

Romanos 8, 28

“Tudo posso naquele que me fortalece.”

Filipenses 4, 13

RESUMO

As ligas de NiTi são amplamente utilizadas em dispositivos da área odontológica, como na Implantodontia, devido as suas propriedades de biocompatibilidade, memória de forma e superelasticidade. Assim, o presente estudo teve como objetivo avaliar a bioatividade e as características morfológicas de liga de NiTi (45,3% de Ni e 54,7% de Ti), tratadas a *laser* com e sem recobrimento de apatita. Dessa forma, as ligas de NiTi foram obtidas pela técnica *Plasma Skull Push Pull*, posteriormente as amostras foram tratadas superficialmente a *laser* (*Yb:YAG*) e pelo método biomimético em SBF-0 e SBF-6 (*Simulated Body Fluid*), ambas a 1,5 M. A análise de bioatividade foi realizada por meio da pesagem, espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDS) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). As espectroscopias revelaram aumento na concentração de oxigênio e carbono após a ablação, favorecendo a difusão de átomos de oxigênio e formação de óxidos de titânio. Após a deposição da apatita pelo método biomimético em SBF-0 e 6, o recobrimento apresentou uma razão molar de Ca/P de aproximadamente 1,0, caracterizando a formação de apatitas de baixa cristalinidade. Pôde-se constatar que a associação da irradiação a *laser* e deposição química de apatitas pelo método biomimético em SBF-6, embora tenha demonstrado um melhor desempenho quanto à bioatividade e topografia das ligas, o ganho de massa não foi estatisticamente significativo ao nível de 5%. Tais propriedades podem contribuir para maior interação do biomaterial com o meio biológico e possível redução no tempo de osseointegração.

Palavras-chave: Apatitas. Implantes dentários. Laser. Osseointegração.

ABSTRACT

NiTi alloys are widely used in devices for dentistry, as in dental implants, due to their biocompatible, shape memory and superelasticity. Thus, the present study aimed to evaluate the bioactivity and the morphological characteristics of NiTi alloy (45.3% Ni and 54.7% Ti), treated with laser and uncoated apatite. Thus, the NiTi alloys were obtained by the technique *Plasma Skull Push Pull*, the samples were subsequently treated superficially laser (*Yb: YAG*) and the biomimetic method in SBF-0 and SBF-6 (*Simulated Body Fluid*), both 1,5 M. The bioactivity analysis was performed by weighing spectroscopy, energy dispersive X-ray (EDS) and scanning electron microscopy (SEM). The spectroscopy revealed increased concentration of oxygen and carbon after ablation, favoring the diffusion of oxygen atoms and formation of titanium oxides. After the biomimetic apatite deposition method on SBF-0 and 6, the coating had a molar ratio of Ca/P ratio of 1,0, characterizing the formation of low crystalline apatite. It could be observed that the combination of laser irradiation and chemical deposition of apatite by biomimetic method in SBF-6, but has shown a better performance in terms of bioactivity and topography of the alloy, the mass gain was not statistically significant at 5 %. These properties may contribute to greater interaction of the biomaterial with the biological environment and possible reduction in the time of osseointegration.

Key-words: Apatites. Dental Implants. Laser. Osseointegration.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- FIGURA 1** – Estrutura cristalina das fases da liga de NiTi, estrutura monoclinica na fase martensítica e CCC na austenítica. 18
- FIGURA 2** – MEV de liga de NiTi polida com aumento de 2000x antes (A) e após (B) a imersão em SBF-0, e elementos químicos presentes nas amostras analisadas por EDS antes (C) e após (D) a imersão em SBF tipo 0 para o ensaio de bioatividade. 33
- FIGURA 3** – MEV da liga de NiTi modificada por *laser* com aumento de 2000x antes (A) e após (B) a imersão em SBF-0, e elementos químicos presentes nas amostras analisadas por EDS antes (C) e após (D) a imersão em SBF tipo 0 para o ensaio de bioatividade. 34
- FIGURA 4** – MEV da liga NiTi modificada por *laser* e com deposição de apatitas por SBF-0 com aumento de 2000x antes (A) e após (B) a imersão em SBF-0, e elementos químicos nas amostras analisadas por EDS antes (C) e após (D) a imersão em SBF tipo 0 para o ensaio de bioatividade. 35
- FIGURA 5** – MEV de liga NiTi modificada por *laser* e com deposição de apatitas por SBF-6 com aumento de 2000x antes (A) e após (B) a imersão em SBF-0, e elementos químicos presentes nas amostras analisadas por EDS antes (C) e após (D) a imersão em SBF tipo 0 para o ensaio de bioatividade. 35
- FIGURA 6** – Máquina de fusão a plasma - *Discovery All*. 45
- FIGURA 7** – Processo de fusão a plasma pelo método *Skull Push-Pull*. (a) Elementos no cadinho de cobre; (b) Tocha de plasma; (c) Botão de liga com memória de forma após fusão; (d) Cadinho após a injeção; (e) Coquilha de alumínio; (f) Pastilha obtida pela injeção do botão fundido em molde metálico. 45

FIGURA 8 – Equipamento *laser Ytterbium:YAG* (a); amostras de NiTi submetidas ao *laser* (b). 46

FIGURA 9 – Microscópio Eletrônico de Varredura. 48

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ACP	Fosfato de Cálcio Amorfo
ANOVA	Analyses of Variance
CCC	Cúbico de Corpo Centrado
EMF	Efeito Memória de Forma
EDS	Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X
HÁ	Hidroxiapatita
LASER	Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
OCP	Fosfato Octacálcico
SBF	Simulated Body Fluid
SMA	Shape Memory Alloy
TCP	Fosfato Tricálcico

LISTA DE SÍMBOLOS

Ni	Níquel
Ti	Titânio
NiTi	Níquel-titânio
°C	Graus Celsius
M	Molaridade
Ca	Cálcio
P	Fósforo
Mpa	Mega Pascal
W	Watt
Hz	Hertz
NaOH	Hidróxido de sódio
pH	Potencial hidrogeniônico
C	Carbono
O	Oxigênio
Al	Alumínio
Si	Silício
Cl	Cloro
Na	Sódio
Mg	Magnésio
TiC	Carbeto de titânio
TiO ₂	Óxido de Titânio

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	14
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	16
2.1 BIOMATERIAIS.....	16
2.2 CARACTERÍSTICAS DAS LIGAS DE NITL.....	17
2.3 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE DA LIGA DE NITL.....	19
REFERÊNCIAS.....	21
3 ARTIGO.....	24
4 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	43
APÊNDICE A – Metodologia da pesquisa detalhada.....	44
ANEXO A – Carta de submissão à revista.....	50
ANEXO B – Normas da revista.....	51

1 INTRODUÇÃO

Os avanços tecnológicos têm proporcionado significativos progressos na área clínica, resultando na melhoria da qualidade e aumento da expectativa de vida da população. A Odontologia tem buscado esta evolução biotecnológica para otimizar as condições psicossociais dos pacientes por meio da reposição ou alteração da estrutura dentária existente através da aplicação de biomateriais, com o objetivo de substituir ou restaurar tecidos alterados ou doentes. Desta forma, o conhecimento dos mecanismos fisiológicos tem possibilitado o desenvolvimento e aperfeiçoamento de tecnologias na área de biomateriais (TOMÁS, 1995).

Desde então, tem-se observado uma evolução deste campo, que vai da remoção dos tecidos no passado, a substituição dos mesmos atualmente, até a regeneração dos tecidos que constitui uma meta a ser alcançada (HENCH, 1998). Os biomateriais são partes importantes dentro da variedade de produtos para a saúde, devem apresentar um comportamento mecânico adequado à função que desempenham, e possuir biocompatibilidade, não estimulando ou provocando o mínimo de reações alérgicas ou inflamatórias (WIDU et al., 1999; SOARES, 2002).

Os materiais empregados para a substituição de tecidos no corpo humano podem ser classificados segundo a sua natureza como: metálicos, poliméricos, cerâmicos e compósitos. Os metais e ligas metálicas têm sido empregados na área clínica e, em particular, nas cirurgias, com o surgimento das técnicas cirúrgicas assépticas, aperfeiçoamento da anestesia e desenvolvimento de manobras de substituição do sangue e do fluido humano perdido (MEARS, 1997).

A procura de materiais metálicos mais apropriados para implantes ortopédicos e dentários deve-se às diferentes falhas que os mesmos ainda apresentam e que podem ser de natureza fisiológica (biocompatibilidade), mecânica (resistência) e química (corrosão), por isso a constante busca por novas ligas metálicas com propriedades satisfatórias para aplicações específicas (CATÃO, 2011).

O NiTi é uma liga de níquel (Ni) e titânio (Ti) que apresenta propriedades, como: biocompatibilidade, superelasticidade e o efeito memória de forma (SMA – *Shape Memory Alloy*), por isto, sua aplicação tem sido enfatizada em vários dispositivos na área médica-odontológica (KRONE et al., 2005).

O conjunto destas propriedades torna esse material cada vez mais atrativo e empregado, onde na Odontologia o desafio é idealizar um implante dentário com a liga de

NiTi, com o propósito de aprimorar as propriedades desta estrutura, proporcionando um implante com propriedades mecânicas próximas ao do osso (módulo de elasticidade), apresentando resistência ao impacto, a fratura, através da propriedade de superelasticidade e reduzindo os casos de insucesso com este tipo de tratamento, uma vez que a liga proporcionará outros benefícios que o titânio isoladamente não possui (CATÃO, 2011). O sucesso dos sistemas de implante no tecido ósseo também depende da formação de uma interface mecanicamente estável entre o biomaterial e o hospedeiro (PULEO, 1999).

A rugosidade da superfície das ligas de titânio influencia as respostas teciduais e celulares, sendo por isso foco de inúmeras pesquisas (COOPER, 2000; LE GUE'HENNEC et al., 2007). Há diversas técnicas de modificação superficial das ligas de titânio, dentre elas, deposição de biomaterial reabsorvível como micropartículas de hidroxiapatita, plasma spray de titânio, jateamento com partículas (óxido de alumínio, silício, titânio), ataque ácido, oxidação anódica e catódica, irradiação de *laser* (*Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) em alta intensidade (GYÖRGY et al., 2004; GUASTALDI, APARECIDA, 2010).

As modificações superficiais têm sido propostas com o objetivo de aumentar a área de superfície e a qualidade de adesão da interface osso-implante, baseados no princípio de que uma melhor e mais rápida osseointegração pode ser alcançada por meio da alteração topográfica do implante (KLOKKEVOLD et al., 1997). O tratamento superficial a *laser* pode resultar em um filme microporoso aderente ao substrato, enquanto que o recobrimento pelo método biomimético, através da imersão em SBF (*Simulated Body Fluid*) pode resultar na formação de uma camada de fosfato de cálcio (apatita) (GODLEY et al., 2004), que, possivelmente, contribuirá para uma maior e mais rápida interação com o meio biológico, devido as suas características e propriedades, principalmente biocompatibilidade, osteocondutibilidade, osteoindutibilidade intrínseca e ainda, pela sua semelhança estrutural, química e física com a matriz mineral óssea (STORZ, GASTHUBER, WOYDT, 2001).

Dessa forma, este trabalho avaliou uma liga de NiTi através de análises de bioatividade, e técnicas de caracterizações físico-químicas e morfológicas, visando aplicações em implantes dentários.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 BIOMATERIAIS

Os biomateriais começaram a serem utilizados pela necessidade de repor seguimentos biológicos de variadas complexidades, tais materiais devem ser biocompatíveis, não estimulando ou provocando o mínimo de reações alérgicas ou inflamatórias (SOARES, 2002).

Assim, todo material, de origem natural ou artificial, que compreende o todo ou uma parte de uma estrutura viva ou um dispositivo biomédico que executa, acrescenta ou substitui uma função natural, é considerado biomaterial (CHIM, GOSAIN, 2009).

Os biomateriais atualmente empregados para a substituição de tecidos humanos podem ser classificados de acordo com a sua natureza como: químicos, metálicos, plásticos, cerâmicos e compósitos (DISEGI & ESCHBACK, 2000). Já no que se refere à resposta induzida ao meio biológico, os mesmos podem ser classificados em bioinertes (impossibilita a interação direta entre implante e tecido, mas são bem tolerados pelo organismo) e bioativos (favorecem a ligação química entre o material implantado e o tecido ósseo – osseointegração – sem a presença de invólucros fibrosos) (GUASTALDI, APARECIDA, 2010).

A busca por materiais metálicos mais apropriados a implantes ortopédicos e dentários deve-se às diferentes falhas que os mesmos ainda apresentam e que são de natureza fisiológica (biocompatibilidade), mecânica (resistência) e química (corrosão), por isso, a constante procura por novas ligas metálicas com propriedades satisfatórias para aplicações específicas, já que as mesmas fornecem melhores propriedades físicas em comparação aos metais puros (CATÃO, 2011).

As ligas metálicas possuem várias aplicações na odontologia, sendo usadas na forma de coroas, pontes, pinos intrarradiculares, próteses parciais, restaurações diretas e indiretas, implantes odontológicos, limas endodônticas, fios ortodônticos, entre outros (MOTTA, 2008).

No entanto, apesar dos materiais metálicos se destacarem devido a sua boa resistência mecânica e elevada tenacidade, facilidade de fabricação e baixo custo, a utilização dos mesmos para aplicações médicas e odontológicas requer condições estruturais e superficiais que propiciem funcionalidade e biocompatibilidade. Sendo que a liga de NiTi pode atender a estes requisitos através de tratamentos térmicos e superficiais adequados e que resultem em propriedades mecânicas favoráveis à aplicações e resistência à corrosão elevada (CATÃO, 2011).

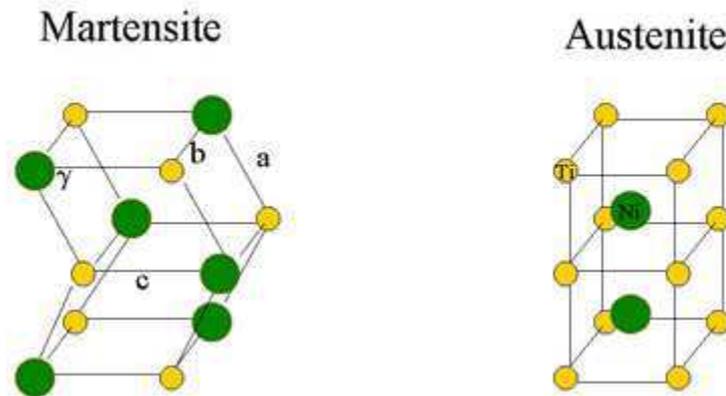
2.2 CARACTERÍSTICAS DAS LIGAS DE NITI

No meio biológico, o titânio puro é bem tolerado pelos tecidos, proporcionando grande aplicação biomédica e odontológica, embora seja um metal bastante reativo e extremamente oxidável. Sua biocompatibilidade é explicada, em parte, pela formação de um denso óxido superficial, que se forma quando o titânio é exposto ao ar, gerando estabilidade em meios corrosivos. Contudo, apesar da boa tolerância pelo organismo, o titânio pode ser tóxico, devido seus íons não permanecerem apenas nas proximidades de onde o metal foi implantado, sendo transportados pelos vasos sanguíneos e linfáticos, células e fluidos para tecidos distantes, podendo causar descoloração tecidual e até necrose estéril (PONCIANO, 2010).

Já o níquel puro é utilizado em ligas metálicas devido a sua flexibilidade e baixo ponto de fusão, características que conferem à liga de NiTi um módulo de elasticidade próximo ao do osso. Os implantes odontológicos feitos unicamente em titânio possuem um elevado módulo de elasticidade, sendo esta propriedade muito superior ao do tecido ósseo humano, havendo maior possibilidade de fratura, em virtude da ausência de dissipação de forças mastigatórias para o osso (CATÃO, 2011; PONCIANO, 2010).

As ligas de NiTi pertencem a uma classe de materiais denominada ligas com memória de forma. As bases para o sucesso da liga podem ser sintetizadas com as seguintes propriedades: histerese (diferença entre as temperaturas de transformação cristalina no aquecimento e no resfriamento), memória de forma (habilidade de memorizar configurações originais após terem sido deformadas), superelasticidade (memória de forma mecânica, recupera grandes deformações apenas com a retirada das tensões) e biocompatibilidade (não influencia negativamente o seu ambiente biológico). Estas propriedades da liga de NiTi têm possibilitado aplicações nas indústrias médica e odontológica, o que incluem implantes dentários, próteses para implantes permanentes, assim como implantes para doenças vasculares (VECHIETTI, 2012; CATÃO, 2011).

As adequadas propriedades do material são determinadas por transformações cristalinas envolvendo as fases martensita e austenita. Essas propriedades podem ser modificadas por mudanças na composição da liga, trabalho mecânico e tratamentos térmicos (MERTMANN, 2000). A fase austenítica (Figura 1) possui estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), ocorre em altas temperaturas, baixas tensões e apresenta menor elasticidade que a fase martensítica (Figura 1). Esta última apresenta uma estrutura monoclínica, triclínica ou hexagonal e se forma em baixas temperaturas e altas tensões (VECHIETTI, 2012; CATÃO, 2011; PONCIANO, 2010).



Fonte: Adaptado de WAYMAN e DUERIG, 1990.

Figura 1 – Estrutura cristalina das fases da liga de NiTi, estrutura monoclinica na fase martensítica e CCC na austenítica.

A transformação de fase inerente é a base para as propriedades raras destas ligas, em particular, memória de forma e superelasticidade (ZHOU et al., 2000). O efeito memória de forma (EMF) permite que estas ligas se adaptem a estímulos externos, além disso, através da superelasticidade a liga é capaz de suportar grandes deformações quando submetida a tensões, mas volta a sua forma original quando a tensão aplicada cessa (FREIHERR, 1998).

O módulo de elasticidade é a medida de rigidez de um material, sendo indicada pela razão entre tensão e deformação. Sabe-se que o módulo de elasticidade das ligas de titânio para aplicação como implantes médicos e odontológicos é muito maior que o do sistema biológico que irá recebê-lo que é o osso, enquanto que as ligas de NiTi, na fase martensítica, apresenta módulo de elasticidade próximo ao tecido ósseo humano. Em implantes odontológicos, esta propriedade pode favorecer a potencialização da osseointegração e a redução do índice de fratura tanto do material quanto do osso que o aloja, já que esta propriedade pode permitir a dissipação das forças e redução de impacto durante a mastigação (GEETHA et al., 2009).

A adequada biocompatibilidade, alta resistência à corrosão e apropriada citocompatibilidade do NiTi têm feito desta liga um grande atrativo para aplicações na área clínica. Os átomos de níquel são ligados quimicamente ao Ti, estabelecendo uma forte ligação entre metais, o que torna o risco de reação com o organismo extremamente baixo, até mesmo em pacientes com sensibilidade ao níquel (MERTMANN, 2000).

2.3 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE DA LIGA DE NITI

Os implantes metálicos empregados no sistema ósseo possuem uma resistência mecânica adequada, mas de acordo com seu comportamento biológico são considerados biotoleráveis ou bioinertes, havendo necessidade de criar uma superfície propícia para que haja uma íntima ligação ao tecido ósseo (RIGO et al., 1999). A fixação do implante ao osso pode ser otimizada com a aplicação de métodos de tratamento de superfície, com ou sem revestimento de cerâmicas bioativas, a fim de facilitar e acelerar a osseointegração, além de minimizar os fracassos do implante em longo prazo (CATÃO, 2011).

Com o objetivo de aumentar a área de superfície e a qualidade de adesão da interface osso-implante, têm sido propostos processos de modificação de superfície, baseados no princípio de que uma melhor e mais rápida osseointegração pode ser alcançada por meio da alteração topográfica do implante (KLOKKEVOLD et al., 1997).

O aumento da molhabilidade superficial de um implante potencializa as interações entre a superfície do implante e o meio biológico envolvente (KILPADI, LEMONS, 1994). Qualquer tratamento de superfície cujo processo envolva transferência de energia pode modificar as características de molhabilidade desta superfície e conseqüentemente sua funcionalidade biológica (KILPADI, WEIMER, LEMONS, 1998).

O tratamento de superfície a *laser* tem ganhado destaque por ser fácil de administrar, é de baixo custo, limpo e reprodutível. A fusão e a solidificação rápida produzem irregularidades uniformes no metal que podem ser controladas (SISTI, 2011). Corroborando com a descrição de vários autores os quais relatam que o tratamento a *laser* parece ser um método promissor para os implantes dentários, resultando em uma precoce osseointegração (DE CARVALHO et al., 2009; GYÖRGY et al., 2004; LAVISSE et al., 2002).

Outra modalidade de modificação superficial é através da deposição de apatitas, especialmente as biocerâmicas de fosfato de cálcio, que cada vez mais são utilizadas em procedimentos para a reconstrução e recomposição tecidual, devido às suas características e propriedades, como biocompatibilidade, osteocondutibilidade, osteoindutibilidade intrínseca e ainda pela sua semelhança estrutural, química e física com a matriz mineral óssea (GUASTALDI, APARECIDA, 2010; STORZ, GASTHUBER, WOYDT, 2001). A hidroxiapatita merece destaque por ser o constituinte principal da fase mineral dos tecidos calcificados. É um fosfato cerâmico ou biocerâmica que tem composição e estrutura similar a fase mineral de ossos e dentes (GUASTALDI, APARECIDA, 2010; KAWACHI,

BERTRAN, DOS REIS, 2000). Sendo que seu equivalente sintético possui propriedades de biocompatibilidade e de osseointegração (SPIEKERMANN, 2000).

Os métodos de recobrimento de superfícies com fosfato de cálcio incluem: *plasma spray*, sol-gel, eletrólise e biomimético (GUASTALDI, APARECIDA, 2010). O método de escolha será o de revestimento de implantes com cerâmicas bioativas que foi desenvolvido por Abe et al. (1990), e que consiste na imersão do substrato em uma solução SBF (*Simulated Body Fluid*) que simula a parte inorgânica acelular do fluido corpóreo, afim de mimetizar o processo de formação de apatitas biológicas. Com tal método, pode-se avaliar a bioatividade de diversos materiais, além de ser utilizado para revestir materiais bioinertes (MULLER e MULLER, 2006). Esta técnica tem sido proposta por apresentar algumas vantagens em relação às demais, como baixo custo, possibilidade de incorporar moléculas orgânicas, utilização de baixas temperaturas de processo ($< 100\text{ }^{\circ}\text{C}$), possibilita o recobrimento de substratos metálicos, poliméricos e cerâmicos com diferentes formas e tamanhos, além disso, é o único método que possibilita a obtenção de todos os fosfatos de cálcio de interesse biológico como recobrimento (LIU et al., 2004; LU e LENG, 2005; GUASTALDI, APARECIDA, 2010).

REFERÊNCIAS

- ABE, Y.; KOKUBO, T.; YAMAMURO, T. Apatite coating on ceramics, metals and polymers utilizing a biological process. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, New York, v. 1, n. 4, p. 233-238, Nov. 1990.
- CATÃO, C. D. S. **Obtenção e Avaliação de Ligas de NiTi tratadas a LASER: Perspectiva para Aplicação em Implantes Dentários**. 2011. 154f. Tese (Doutorado)–Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, PB, 2011.
- CHIN, H.; GOSAIN, A. K. Biomaterials in craniofacial surgery: experimental studies and clinical application. **Journal of Craniofacial Surgery**, Florida, v. 20, n. 1, p. 29-33, Jan. 2009.
- COOPER, L. F. A role for surface topography in creating and maintaining bone at titanium endosseous implants. **Journal of Prosthetic Dentistry**, Georgia, v. 84, n. 5, p. 522-534, Nov. 2000.
- DE CARVALHO, B. M. et al. Tratamentos de superfície nos implantes dentários. **Revista de Cirurgia e Traumatologia Bucomaxilofacial**, Camaragibe, v. 9, n. 1, p. 123-130, mar. 2009.
- DISEGI, J. A.; ESCHBACK, L. Stainless steel in bone surgery. **Injury-International Journal of the Care of the Injured**, London, v. 31, n. 4, p. 22-27, Dec. 2000.
- EDG LTDA. Discovery Plasma: Manual de Instalação, Operação e Manutenção. EDG Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos, Brasil, 2005.
- FREIHERR, G. Shape memory alloys offer untapped potential. **Medical Device & Diagnostic Industry Magazine**, Chicago, Mar. 1998. Disponível em: <<http://www.devicelink.com/mddi/archive>>. Acesso em: 10 jan. 2012.
- GEETHA, M. et al. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review. **Progress in Materials Science**, Boulder, v. 54, n. 3, p. 397-425, May. 2009.
- GODLEY, R.; STAROSVETSKY, D.; GOTMAN, I. Bonelike apatite formation niobium metal treated in aqueous NaOH. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, New York, v. 15, n. 10, p. 1073-1077, Oct. 2004.
- GUASTALDI, A. C.; APARECIDA, A. H. Fosfatos de cálcio de interesse biológico: importância como biomateriais, propriedades e métodos de obtenção de recobrimentos. **Revista Química Nova**, São Paulo, v. 33, n. 6, p. 1352-1358, maio. 2010.
- GYÖRGY, E.; PÉREZ DEL PINO, A.; SERRA, P.; MORENZA, J. L. Chemical composition of dome-shaped structures grown on titanium by multi-pulse Nd:YAG LASER irradiation. **Application Surface Science**, Breda, v. 222, n. 1-4, p. 415-422, Jan. 2004.
- HENCH, L. L. Biomaterials: a forecast for the future. **Biomaterials**, Durham, v. 19, n. 16, p. 1419-1423, Aug. 1998.

KAWACHI, E. Y.; BERTRAN, C. A.; DOS REIS, R. R. Biocerâmicas: tendências e perspectivas de uma área interdisciplinar. **Revista Química Nova**, São Paulo, v. 23, n. 4, p. 518-522, jan. 2000.

KILPADI, D. V.; LEMONS, J. E. Surface energy characterization of unalloyed titanium implants. **Journal of Biomedical Materials Research**, New York, v. 28, n. 12, p. 1419-1425, Dec. 1994.

KILPADI, D. V.; WEIMER, J. J.; LEMONS, J. E. Effect of passivation and dry heat sterilization on surface energy and topography of unalloyed titanium implants. **A Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, New York, v. 135, n. 1-3, p. 89-101, Apr. 1998.

KLOKKEVOLD, P. R.; NISHIMURA, R. D.; ADACHI, M.; CAPUTO, A. Osseointegration enhanced by chemical etching of the titanium surface: a torque removal study in the rabbit. **Clinical Oral Implants Research**, Bern, v. 8, n. 6, p. 442-447, Dec. 1997.

KRONE, L.; MENTZ, J.; BRAM, M.; BUCKKREMER, H. P.; STOVER, D.; WAGNER, M. et al. The potential of powder metallurgy for the fabrication of biomaterials on the basis of Nickel-Titanium: A case study with a staple showing shape memory behavior. **Advanced Engineering Materials**, Weinheim, v. 7, n. 7, p. 613-619, July. 2005.

LAVISSE, L. et al. The early stage of the LASER-induced oxidation of titanium substrates. **Application Surface Science**, Breda, v. 186, n. 1-4, p. 150-155, Jan. 2002.

LE GUE HENNEC, L. et al. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. **Dental Materials**, Manchester, v. 23, n. 4, p. 844-854, June. 2007.

LIU, X. Y.; CHU, P. K.; DING, C. X. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. **Materials Science & Engineering Reports**, Florida, v. 47, n. 3-4, p. 49-121, Dec. 2004.

LU, X.; LENG, Y. Theoretical analysis of calcium phosphate precipitation in simulated body fluid. **Biomaterials**, Durham, v. 26, n. 10, p. 1097-1108, Apr. 2005.

MEARS, D. C. Metals in medicine and surgery. **International Materials Reviews**, Cleveland, v. 218, n. 1, p. 119-155, Jan. 1997.

MERTMANN, M. NiTi: the material for implants and instruments. Memory-Metalle, Weil am Rhein. **Technology & Services**, Germany, Jan. 2000. Disponível em: <<http://www.memorymetalle.com.de>>. Acesso em: 25 de fev. 2012.

MOTTA, C. P. T. **Efeitos de Transformação de Fase Induzida por Tensionamento sobre a Resistência à Corrosão nas Ligas de Níquel-Titânio em Solução de Hipoclorito de Sódio**. 2008. 123f. Dissertação (Mestrado)–Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, 2008.

MULLER, L.; MULLER, F.A. Preparation of SBF with different HCO₃⁻ content and its influence on the composition of biomimetic apatites. **Acta Biomaterialia**, Pittsburgh, v. 2, n. 2, p. 181-189, Mar. 2006.

PONCIANO, R. C. O. **Estudo da Toxicidade de Ligas de Ni-Ti: uma Contribuição para o Uso de Ligas Nacionais e a Ortodontia.** 2010. 60f. Dissertação (Mestrado)–Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, PB, 2010.

PULEO, D. A.; NANCI, A. Understanding and controlling the bone-implant interface. **Biomaterials**, Durham, v. 20, n. 23-24, p. 2311-321, Dec. 1999.

RIGO, E. C. S. et al. Implantes metálicos recobertos com hidroxiapatita. **Revista Brasileira de Engenharia Biomédica**, Uberlândia, v. 15, n. 1-2, p. 21-29, jul. 1999.

SISTI, E. K. **Estudo da topografia e da osseointegração de implante de titânio sob ação do laser, com ou sem deposição de hidroxiapatita, em coelhos.** 2011. 154f. Tese (Doutorado)–Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, Campo Grande, MS, 2011.

SOARES, G. A. S. **Biomateriais: classificação, seleção e avaliação.** 2002. 89f. Tese (Doutorado)–COPPE - UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, 2002.

SPIEKERMANN, H. Atlas colorido de odontologia: Implantodontia. Porto Alegre: Artmed, 2000.

STORZ, O.; GASTHUBER, H.; WOYDT, M. Tribological properties of thermal sprayed Magnéli-type coatings with different stoichiometries (TiO_{2n-1}). **Surface & Coatings Technology**, Sheffield, v. 140, n. 31, p. 76-81, Apr. 2001.

TOMÁS, H. M. P. G. **Avaliação do comportamento à corrosão e da citocompatibilidade de uma liga ortopédica de Co-Cr-Mo.** 1995. 70f. Tese (Doutorado)–FCUL - Universidade de Lisboa, Lisboa, 1995.

VECHIETTI, F. A. **Estudo das Temperaturas de Transformação de Fases e da Caracterização da Superfície da Liga NiTi Submetida a Diferentes tratamentos Térmicos para Aplicação em Órtese Metálica.** 2012. 96f. Dissertação (Mestrado)–Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2012.

WAYMAN, C. M.; DUERIG, T. W. Na introduction to martensite and shape memory alloy. In: DUERIG, T.W.; MELTON, K. N.; STÖCKEL, D.; WAYMAN, C.M. Engineering aspects of shape memory alloys. **Butterworth-Heinemann**, Oxford, v. 3, n.1, p.3-20, Mar. 1990.

WIDU, F.; DRESCHER, D.; JUNKER, R.; BOURAVEL, C. Biocompatibilidade e Biomateriais. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, New York, v. 10, n. 5, p. 275-280, Oct. 1999.

ZHOU, J. G.; KOULAS, S.; CHONG, P. L. G. Shape memory alloy activated high pressure optical cell for biophysical studies. **Review of Scientific Instruments**, Melville, v.71, n. 11, p. 4249-4256, Apr. 2000.

3 ARTIGO

Avaliação da bioatividade de ligas de NiTi tratadas a *laser* para aplicação odontológica

Bioactivity evaluation of laser treated of NiTi alloys for dental application

Carmem Dolores de Sá Catão*

Isabel Portela Rabello**

Anny Mirene Alves Moreira***

Marcus Vinícius Lia Fook****

Carlos José de Araújo*****

Renata de Souza Coelho Soares*****

*Professora Doutora, Departamento de Medicina – Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, PB, Brasil.

**Doutoranda em Ciências e Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, PB, Brasil.

***Graduanda em Odontologia, Departamento de Odontologia – Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Patos, PB, Brasil.

****Professor Doutor, Departamento de Ciências e Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, PB, Brasil.

*****Professor Doutor, Departamento de Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, PB, Brasil.

*****Professora Doutora, Departamento de Odontologia – Universidade Estadual da Paraíba (UEPB), Campina Grande, PB, Brasil.

Endereço para correspondência:

Carmem Dolores de Sá Catão

Universidade Federal de Campina Grande

Unidade Acadêmica de Ciências e da Saúde

Juvêncio Arruda, 795, Bodocongó

58407-485 Campina Grande/PB

Fones: +55 83 2101-1239 / +55 83 8883-1110

E-mail: cataocarmem@gmail.com

Resumo

As ligas de NiTi são amplamente utilizadas em dispositivos da área odontológica, como na Implantodontia, devido as suas propriedades de biocompatibilidade, memória de forma e superelasticidade. Objetivo: Avaliar a bioatividade e as características morfológicas de liga de NiTi (45,3% de Ni e 54,7% de Ti), tratadas a *laser* com e sem recobrimento de apatita. Materiais e método: As ligas de NiTi foram obtidas pela técnica *Plasma Skull Push Pull*, posteriormente as amostras foram tratadas superficialmente a *laser* (Yb:YAG) e pelo método biomimético em SBF-0 e SBF-6 (*Simulated Body Fluid*), ambas a 1,5 M. A análise de bioatividade foi realizada por meio da pesagem, espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDS) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Resultados: As espectroscopias revelaram aumento na concentração de oxigênio e carbono após a ablação, favorecendo a difusão de átomos de oxigênio e formação de óxidos de titânio. Após a deposição da apatita pelo método biomimético em SBF-0 e 6, o recobrimento apresentou uma razão molar de Ca/P de aproximadamente 1,0, caracterizando a formação de apatitas de baixa cristalinidade. Conclusão: A associação da irradiação a *laser* e deposição química de apatitas pelo método biomimético em SBF-6, embora tenha demonstrado um melhor desempenho quanto à

bioatividade e topografia das ligas, o ganho de massa não foi estatisticamente significativo ao nível de 5%. Tais propriedades podem contribuir para maior interação do biomaterial com o meio biológico e possível redução no tempo de osseointegração.

Palavras-chave: Laser. Apatitas. Implantes dentários. Osseointegração.

Abstract

NiTi alloys are widely used in devices for dentistry, as in dental implants, due to their biocompatible, shape memory and superelasticity. Objective: To evaluate the bioactivity and the morphological characteristics of NiTi alloy (45.3% Ni and 54.7% Ti), treated with *laser* and uncoated apatite. Materials and methods: The NiTi alloys were obtained by the technique *Plasma Skull Push Pull*, the samples were subsequently treated superficially *laser* (Yb: YAG) and the biomimetic method in SBF-0 and SBF-6 (*Simulated Body Fluid*), both 1,5 M. The bioactivity analysis was performed by weighing spectroscopy, energy dispersive X-ray (EDS) and scanning electron microscopy (SEM). Results: The spectroscopy revealed increased concentration of oxygen and carbon after ablation, favoring the diffusion of oxygen atoms and formation of titanium oxides. After the biomimetic apatite deposition method on SBF-0 and 6, the coating had a molar ratio of Ca/P ratio of 1,0, characterizing the formation of low crystalline apatite. Conclusion: The combination of *laser* irradiation and chemical deposition of apatite by biomimetic method in SBF-6, but has shown a better performance in terms of bioactivity and topography of the alloy, the mass gain was not statistically significant at the 5% level. These properties may contribute to greater interaction of the biomaterial with the biological environment and possible reduction in the time of osseointegration.

Key words: Laser. Apatites. Dental Implants. Osseointegration.

Introdução

Os avanços tecnológicos têm proporcionado significativos progressos na área clínica, resultando na melhoria da qualidade e aumento da expectativa de vida da população. A Odontologia tem buscado esta evolução biotecnológica para otimizar as condições psicossociais dos pacientes utilizando-se de biomateriais, com o objetivo de substituir ou restaurar tecidos alterados ou doentes. Desta forma, o conhecimento dos mecanismos fisiológicos tem possibilitado o desenvolvimento e aperfeiçoamento de tecnologias na área de biomateriais¹, bem como o aumento da necessidade de substituição de tecidos e órgãos de variadas complexidades em busca do biomimetismo².

Desde então, tem-se observado uma evolução deste campo, que vai da remoção dos tecidos à sua substituição, ou ainda a regeneração tecidual, que se constitui como meta primordial a ser alcançada³. Os biomateriais são partes importantes dentro da variedade de produtos para a saúde, e devem apresentar um comportamento mecânico adequado à função que desempenham, possuir o mínimo de reação com o organismo e ser biocompatível, não estimulando ou provocando o mínimo de reações alérgicas ou inflamatórias^{4,5}. Na implantodontia, sabe-se que a resistência à corrosão e degradação do implante está intimamente relacionada com a boa qualidade e comportamento do mesmo, sendo necessário um bom conhecimento das suas características e consequências do uso em longo prazo, bem como seu desempenho e resposta do hospedeiro ao mesmo⁶.

Os materiais atualmente empregados para a substituição de tecidos no corpo humano podem ser classificados segundo a sua natureza como: químicos, metálicos, plásticos, cerâmicos e compósitos^{7,8}.

A procura por materiais metálicos ou por novas ligas metálicas com propriedades satisfatórias para aplicações específicas como em implantes ortopédicos e dentários, deve-se

às diferentes falhas que os mesmos ainda apresentam, sendo tais falhas de natureza fisiológica (biocompatibilidade), mecânica (resistência) e/ou química (corrosão)⁹.

O NiTi é uma liga de níquel (Ni) e titânio (Ti) que apresenta propriedades de biocompatibilidade, superelasticidade e efeito memória de forma (SMA – *Shape Memory Alloy*), por esta razão, sua aplicação tem sido enfatizada em vários dispositivos na área médica-odontológica¹⁰. Essas propriedades podem ser modificadas por mudanças na composição da liga, trabalho mecânico e tratamentos térmicos¹¹.

Na Odontologia, o desafio é idealizar um implante dentário a partir de uma liga metálica como o NiTi, que proporcione módulo de elasticidade próximo ao do osso, bem como resistência ao impacto e à fratura através da propriedade de superelasticidade da liga. Desta forma, pode-se reduzir os casos de insucessos com este tipo de tratamento, uma vez que o NiTi proporcionará outros benefícios que o titânio isoladamente não possui⁹. O sucesso dos sistemas de implante no tecido ósseo também depende da formação de uma interface mecanicamente estável entre o biomaterial e o hospedeiro¹². As ligas de NiTi apresentam importantes propriedades físico-químicas, biológicas, morfológicas e mecânicas que podem ser aplicadas em dispositivos para a área da saúde, contudo, estes materiais são bioinertes, tornando-se relevante modificar a superfície destas ligas para otimizar sua interação com o tecido ósseo⁹.

A rugosidade da superfície das ligas de titânio influencia as respostas teciduais e celulares, sendo por isso foco de inúmeras pesquisas^{13,14}. Há diversas técnicas de modificação superficial das ligas de titânio, dentre elas, deposição de biomaterial reabsorvível como micropartículas de hidroxiapatita, plasma spray de titânio, jateamento com partículas (óxido de alumínio, silício, titânio), ataque ácido, oxidação anódica e catódica, irradiação de *laser* em alta intensidade^{15,16}. Tais processos de modificação de superfície têm sido propostos com o objetivo de aumentar a área de superfície e a qualidade de adesão da interface osso-implante,

baseados no princípio de que uma melhor e mais rápida osseointegração pode ser alcançada por meio da alteração topográfica do implante¹⁷. Assim, o tratamento a *laser* resulta na formação de um filme microporoso aderente ao substrato que pode proporcionar uma maior interação dos tecidos biológicos com a superfície do implante, acelerando o processo de osseointegração^{15,18,19}.

Enquanto que o recobrimento pelo método biomimético, através da imersão em SBF (*Simulated Body Fluid*) pode resultar na formação de uma camada de fosfato de cálcio (apatita)²⁰, que, possivelmente, contribuirá para uma maior e mais rápida interação com o meio biológico, devido as suas propriedades como, biocompatibilidade, osteocondutibilidade, osteoindutibilidade intrínseca e ainda pela sua semelhança estrutural, química e física com a matriz mineral óssea²¹. Dessa forma, o objetivo deste trabalho foi avaliar a bioatividade e as características morfológicas de ligas de NiTi, (45,3% de Ni e 54,7% de Ti), tratadas a *laser* com e sem recobrimento de apatita.

Materiais e método

O projeto envolveu a análise de amostras de liga de NiTi (45,3% de Ni e 54,7% de Ti), previamente confeccionadas, sendo compostas pelos elementos níquel comercial puro (>99,9%) e titânio biomédico ASTM F67-88 (grau 4).

A fabricação da liga de NiTi foi realizada no equipamento de fusão a plasma, da marca EDG, modelo *Discovery All* (EDG Equipamentos, São Carlos, São Paulo, Brasil), o qual utiliza o plasma térmico como meio de transmissão de energia para fundir a maioria dos metais. Para tanto, foi empregado o processo *Skull* de fusão, em que o material é fundido sobre uma fina camada dele mesmo²². O equipamento *Discovery* utiliza o processo de fundição e conformação através do sistema *Push-Pull*, no qual o molde é submetido a uma

pressão de 0,2 MPa (2 kg/cm^2) na parte superior e vácuo na parte inferior resultando em uma fundição de alta qualidade e total segurança.

As amostras foram divididas em grupos para posterior análise e comparação de resultados, de acordo com as modificações superficiais apresentadas. Os ensaios foram feitos em triplicata e as amostras classificadas em: polidas (grupo controle), com ataque superficial por *laser Ytterbium* pulsado, com associação de *laser* e deposição de apatitas por SBF-0 e, por último, ataque a *laser* e deposição de apatitas por SBF-6, totalizando doze amostras, sendo três por grupo.

O procedimento de modificação superficial foi realizado no equipamento *laser Yb:YAG*, com potência 20 W pulsado e frequência de 20 Hz (*Pulsed Ytterbium Fiber Laser*, Sistema Omnimark 20F, Omnitek Tecnologia Ltda, São Paulo, Brasil). Buscou-se caracterizar a liga de NiTi após tratamento de superfície a *laser*, com e sem deposição de apatita, visando aplicações biomédicas.

Parte das amostras tratadas a *laser* sofreram ataque químico com uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) com molaridade 5 M, por um período de 24h a 60° C, em seguida foram lavadas em água corrente e, posteriormente, submetidas a secagem em estufa por 3h a 60°C. O ataque alcalino tem em vista a ativação da superfície e formação de titanato de sódio, que é mais reativo que o óxido de titânio, o que propicia uma deposição mais satisfatória de apatitas na superfície do biomaterial.

Dessa forma, as amostras modificadas superficialmente a *laser* foram submetidas ao recobrimento pelo Método Biomimético, por meio da imersão em solução SBF (*Simulated Body Fluid*) tipo 0 proposta por Abe et al.²³ (1990) ou SBF tipo 6, estabelecida por Aparecida²⁴ (2006), com molaridade 1,5 M. Estas soluções foram empregadas com o objetivo de analisar o efeito das modificações superficiais sobre a fase de apatita depositada de acordo com o tipo de SBF utilizado. Além disso, as SBFs foram aplicadas, por estimularem a

formação de apatita, como também reduzirem o período de indução de fosfato de cálcio amorfo (ACP), proporcionando uma uniformidade da morfologia da superfície da liga após o recobrimento com apatitas²⁴.

As amostras permaneceram imersas em SBF tipo 0 a 1 M por um período de 7 dias, mantidas em estufa a 37°C e pH 7,4, com substituição da solução em intervalos de 24h, 48h e 48h, objetivando favorecer as condições de super-saturação da solução e, conseqüentemente, induzir a formação do recobrimento uniforme de apatita sobre a superfície da amostra^{24,25}. Posteriormente à deposição, as amostras foram tratadas termicamente a 800°C por 1 hora, com o propósito de aumentar a cristalinidade das apatitas depositadas, e através do crescimento dos cristais, densificar a camada de biocerâmica sobre o metal, bem como diminuir sua solubilidade em meio aquoso^{25,26}, para tanto, o equipamento utilizado foi o forno da marca EDG Equipamentos (EDG Equipamentos, São Carlos, SP, Brasil), com taxa de aquecimento de 10°C/minuto. A temperatura utilizada no tratamento térmico está de acordo com o diagrama de fases da liga, não proporcionando modificações nas condições e propriedades do substrato metálico.

Para avaliação da bioatividade, as amostras foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) - modelo TM-1000 (Hitachi High Technologies Corporation, Minato-ku, Tóquio, Japão) e por Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) – mesmo modelo do MEV, a fim de verificar a topografia superficial e composição química após a deposição da apatita. A pesagem das amostras foi realizada antes e após a imersão em SBF tipo 0 a 1 M, na balança eletrônica de precisão da marca *Ohaus Adventurer*, AR2140 (Ohaus Corporation, Florham Park, New Jersey, USA) com o intuito de avaliar o comportamento do biomaterial antes e após o contato com o fluido que mimetiza o meio biológico.

Os dados obtidos foram analisados através dos testes estatísticos *T-student* pareado e ANOVA, com nível de significância de 5%, através dos programas Microsoft Excel® versão 2010 e Statística® versão 10.0 para Windows, além das análises qualitativas.

Resultados

Após as caracterizações, os resultados foram avaliados comparativamente para se estabelecer a mais adequada topografia e bioatividade nas diversas condições propostas.

Para o ensaio de bioatividade, as amostras foram pesadas antes e após a imersão em SBF-0 na concentração de 1 M, de forma a quantificar a variação em peso que cada uma delas apresentou. A partir da realização das aferições, procedeu-se a verificação da média aritmética dos ganhos, que foi tomada como parâmetro para as comparações. A Tabela 1 exhibe a média dos ganhos de cada variação e evidencia que as condições superficiais que favoreceram maior ganho em peso pela deposição de apatitas em sua superfície foram às amostras tratadas a *laser*, seguidas das recobertas com apatita empregando-se a solução SBF-6 com molaridade de 1,5, embora tendo havido diferenças entre as médias de ganho em massa, nas condições estabelecidas neste estudo, estas não foram estatisticamente significante para o α de 5%.

Tabela 1 - Média aritmética do ganho em massa de cada variável estudada

Variável estudada	Média do ganho em massa (mg)
Liga de NiTi polidas	0,75 mg
Liga de NiTi com modificação a <i>laser</i>	1,25 mg
Liga de NiTi com Método Biomimético (SBF-0)	0,00 mg
Liga de NiTi com Método Biomimético (SBF-6)	1,00 mg

As Figuras 2 (A e B), 3 (A e B), 4 (A e B) e 5 (A e B) exibem as morfologias das amostras polidas, tratadas a *laser* e com recobrimento por apatitas pela utilização de SBF-0 e SBF-6 (ambas a 1,5 M), respectivamente, analisadas em microscópio eletrônico de varredura, antes e após a imersão em SBF tipo 0 a 1 M para o ensaio de bioatividade. Para melhor associação e entendimento do comportamento do biomaterial quando em contato com meio biológico, os

resultados do EDS encontram-se seguidos das micrografias, correspondendo às Figuras 2 (C e D), 3 (C e D), 4 (C e D) e 5 (C e D).

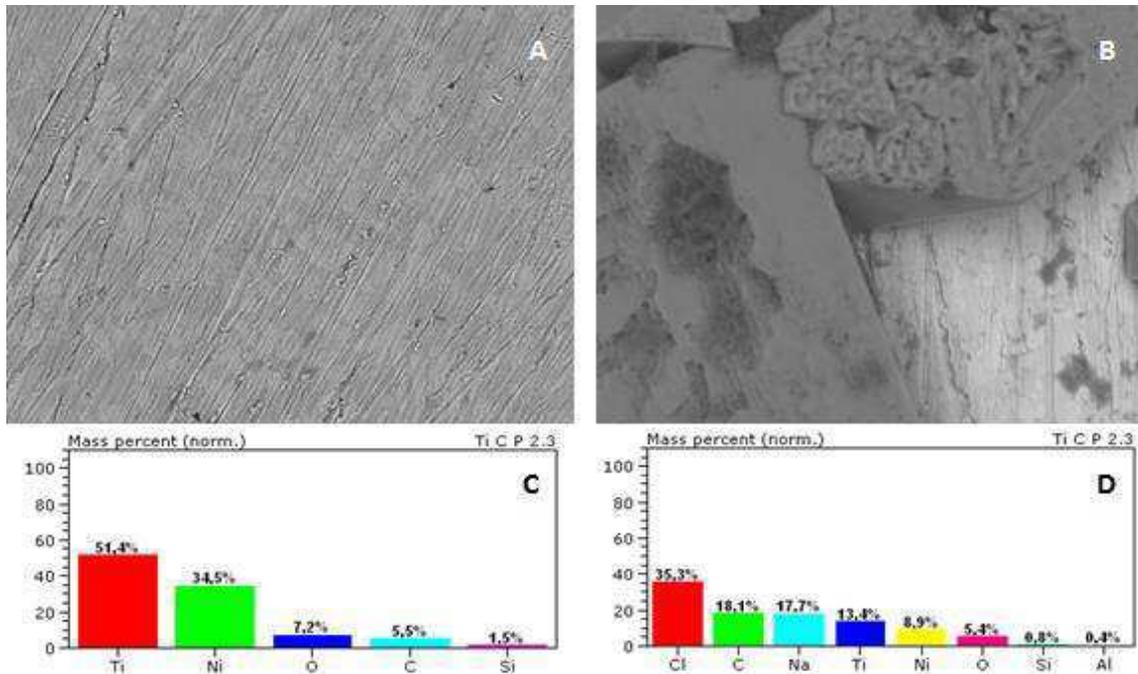


Figura 2 - MEV de liga de NiTi polida com aumento de 2000x antes (A) e após (B) a imersão em SBF-0, e elementos químicos presentes nas amostras analisadas por EDS antes (C) e após (D) a imersão em SBF tipo 0 para o ensaio de bioatividade.

A Figura 2 (A) exibe, no primeiro momento, as superfícies da liga polida, com presença de riscas originárias do processo de corte e polimento. Após a imersão em SBF-0 para o ensaio da bioatividade, pode-se perceber a deposição de cristais superficiais (Fig. 2 B), que foram identificados com o auxílio da análise por EDS (Fig. 2 C).

A Figura 3 (A e B) evidencia a topografia da liga de NiTi modificada por *laser* e analisada em MEV, antes e após a imersão em SBF tipo 0. A Figura 3 (C e D) representa os resultados do EDS correspondentes às imagens.

De acordo com a análise da Figura 2 (A e B), observa-se a presença de estruturas circulares em toda superfície das amostras que, analisadas em EDS, apontam a formação de cristais de cloreto de sódio e a existência de outros compostos, como: Titânio (Ti), Níquel (Ni), Carbono (C) e Oxigênio (O). O Alumínio (Al) e o Silício (Si) existentes na análise

podem ser considerados como agentes contaminantes, em virtude da baixa concentração (Fig. 2 C e D).

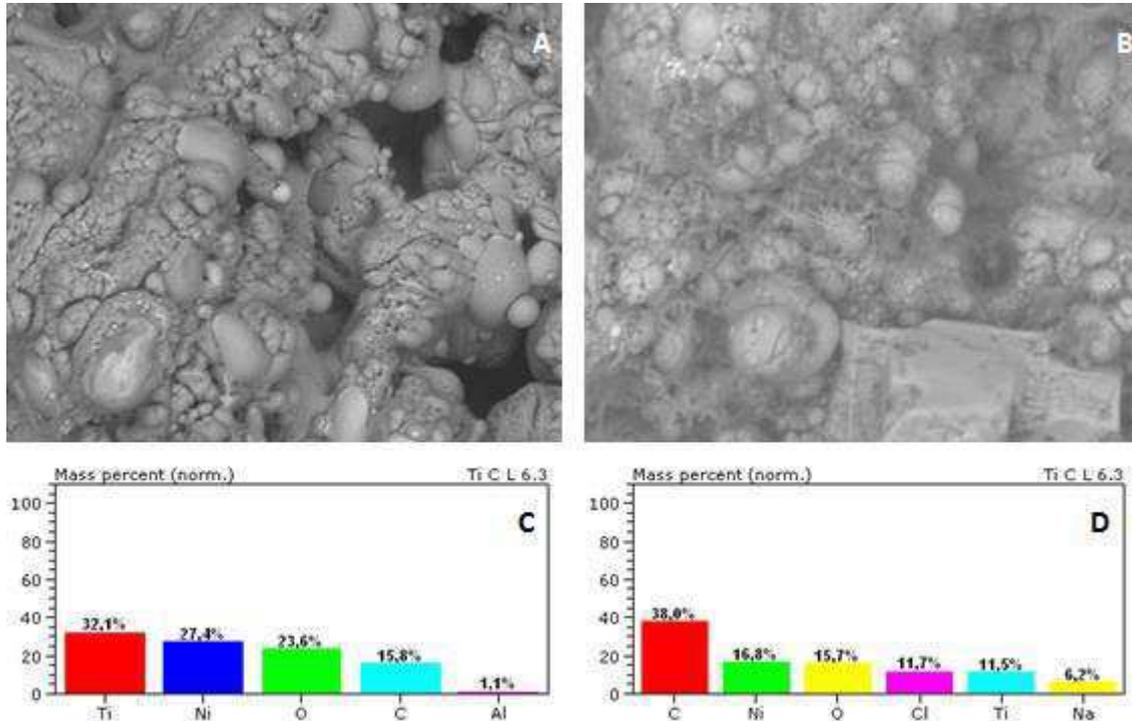


Figura 3 - MEV da liga de NiTi modificada por *laser* com aumento de 2000x antes (A) e após (B) a imersão em SBF-0, e elementos químicos presentes nas amostras analisadas por EDS antes (C) e após (D) a imersão em SBF tipo 0 para o ensaio de bioatividade.

No presente estudo foi empregada a solução SBF-0 preconizada por Abe et al.²³ (1990) e a solução SBF-6 proposta por Aparecida²⁴ (2006), ambas a 1,5 M, a fim de conciliar as propriedades mecânicas da liga que se aproximam às condições encontradas no osso humano com a bioatividade, reduzindo o tempo de recobrimento e propiciando a formação de compostos de apatitas de interesse biológico.

As micrografias representadas na Figura 4 (A e B) e 5 (A e B) apresentam a microestrutura da camada de apatita obtida pelo Método Biomimético empregando-se as soluções SBF tipo 0 e 6, respectivamente. As análises foram realizadas antes e após a imersão em SBF tipo 0 para o ensaio de bioatividade. A morfologia das ligas modificadas por irradiação a *laser* apresentou nucleações homogêneas, com esferas e tamanhos de partículas em escala

micrométrica (utilizando-se como referência a escala do microscópio), superfícies rugosas, com presença de macro e micro poros.

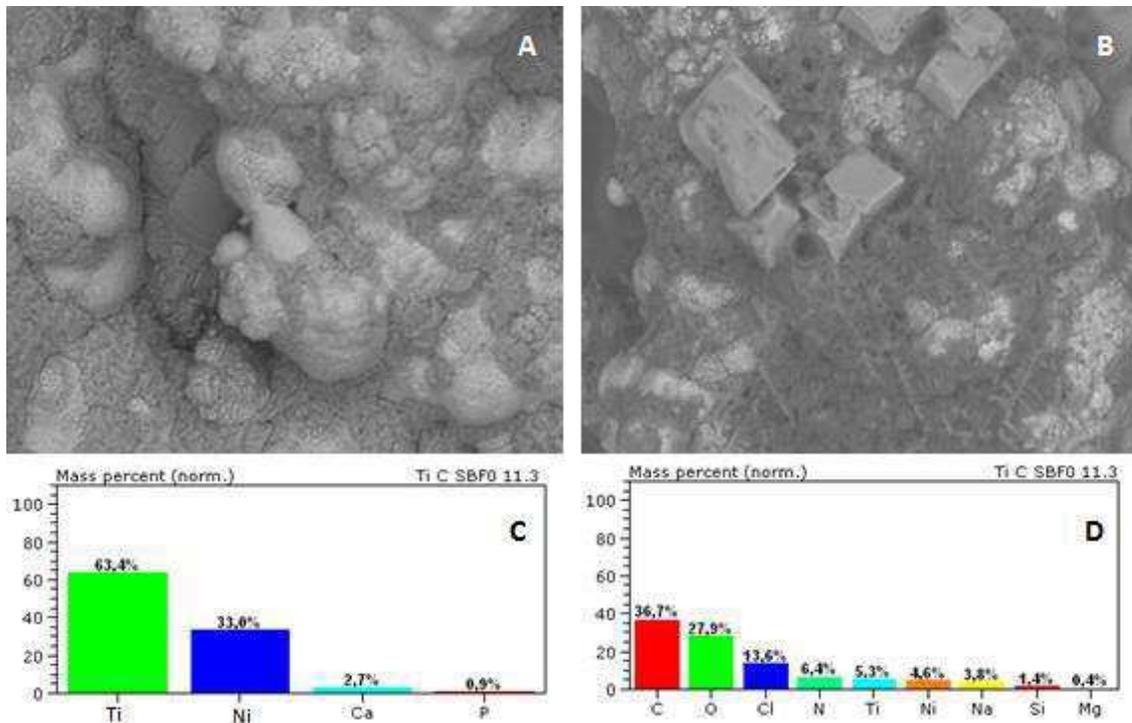


Figura 4 - MEV da liga NiTi modificada por *laser* e com deposição de apatitas por SBF-0 com aumento de 2000x antes (A) e após (B) a imersão em SBF-0, e elementos químicos nas amostras analisadas por EDS antes (C) e após (D) a imersão em SBF tipo 0 para o ensaio de bioatividade.

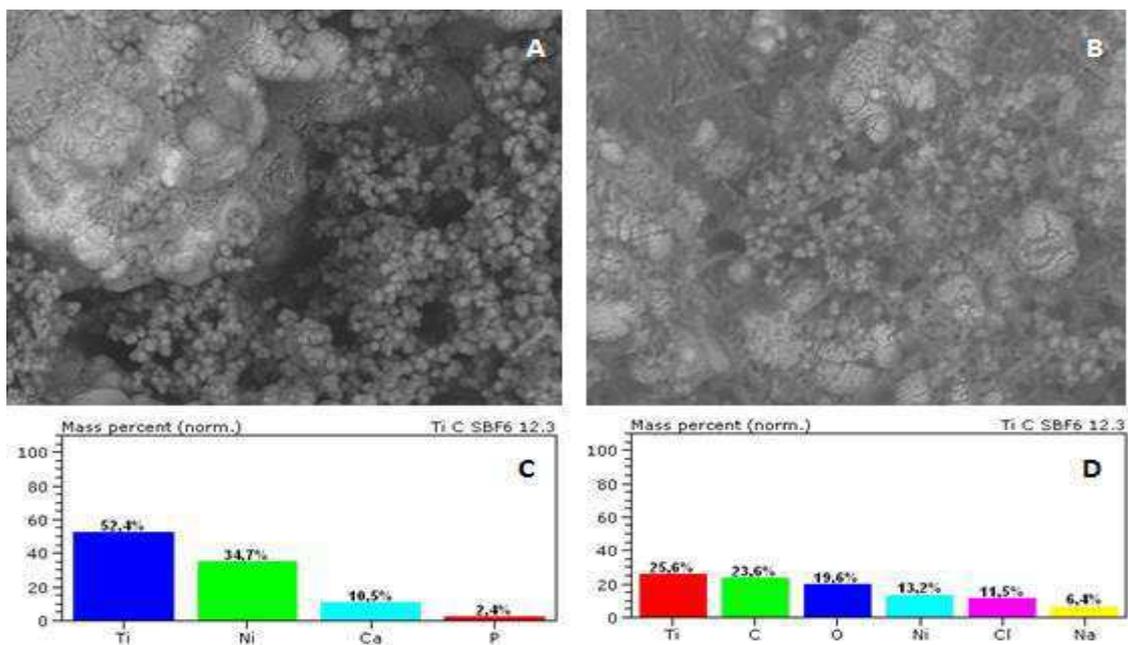


Figura 5 - MEV de liga NiTi modificada por *laser* e com deposição de apatitas por SBF-6 com aumento de 2000x antes (A) e após (B) a imersão em SBF-0, e elementos químicos

presentes nas amostras analisadas por EDS antes (C) e após (D) a imersão em SBF tipo 0 para o ensaio de bioatividade.

As Figuras 4 (C e D) e 5 (C e D) exibem os resultados do EDS correspondentes à modificação pelo Método Biomimético com SBF-0 e SBF-6, respectivamente, onde percebe-se um acréscimo do percentual em massa de compostos presentes nas soluções utilizadas.

Discussão

Com relação às amostras que foram apenas polidas, verificou-se que o polimento proporcionou uniformidade superficial, porém com presença de linhas unidirecionais decorrentes das etapas de lixamento e polimento.

A análise topográfica das amostras submetidas ao tratamento a *laser* revelou a presença de diferentes camadas de óxidos, por meio da mudança no tempo de exposição da superfície ao feixe²⁷. Além disso, a acentuação da rugosidade na superfície resultou da rápida fusão e solidificação durante o processo de ablação a *laser*, e as irregularidades uniformemente distribuídas pela superfície do biomaterial podem proporcionar maior interação com as células do meio biológico, resultando em uma precoce osseointegração^{15,18}.

A ablação a *laser* proporcionou a formação de aglomerados circulares em toda superfície das amostras, intercalados por fendas relativamente regulares, exibindo porosidade, rugosidade e morfologia mais homogênea, estando de acordo com os trabalhos de Sisti²⁸ (2011) e Tavares²⁹ (2009) e, onde se encontram topografias semelhantes às obtidas neste estudo.

O fenômeno de ablação associa-se à ruptura em escala macroscópica da superfície devido ao processo de fusão e solidificação rápido na superfície do metal, o que conduz à perda da estequiometria, gerando um estado de menor estabilidade e alterações de composição da superfície do material¹⁵. Pode-se observar que o processo de ablação proporcionou aumento

na rugosidade da superfície atacada em todas as amostras, de forma a proporcionar aumento da área superficial, característica desejada para osseointegração, uma vez que as respostas celulares (migração, ancoragem, diferenciação e expressão da matriz) são afetadas pelas características topográficas e pela composição química da superfície³⁰.

Observou-se que as amostras modificadas superficialmente por *laser* e que entraram em contato com SBF pelo Método Biomimético apresentaram deposição de apatitas, caracterizada pela presença de grãos esféricos nas superfícies das amostras submetidas a ambas soluções, havendo diferenças topográficas significativas entre as composições de NiTi imersas em SBF-0, proposto por Abe et al.²³ (1990) e SBF-6, estabelecido por Aparecida²⁴ (2006), havendo nesta última a formação de uma camada mais espessa de apatitas. Em contrapartida, nas amostras que entraram em contato com SBF-0 a 1,5 M pode-se observar a presença de cristais alongados que possivelmente representam uma variação de apatita, corroborando com os resultados encontrados por Catão⁹ (2011). Os resultados revelaram que a modificação da superfície por *laser* favorece a formação de grupos de apatitas, mesmo em diferentes concentrações de SBF.

Ao analisar as imagens obtidas pelo MEV, pode-se perceber que as amostras modificadas superficialmente por *laser* e deposição de apatitas por SBF tipo 6 apresentaram quantidade significativamente maior de apatitas em sua superfície do que as amostras cuja deposição foi a partir de SBF-0. Esse resultado reitera o estudo de Aparecida²⁴ (2006) quanto à indicação de SBF-6 para fins de deposição superficial, visto que as diferenças entre as deposições proporcionadas – SBF tipo 0 e tipo 6 – foram consideráveis.

A estreita variação de deposição de apatita existente entre as amostras imersas em SBF-0 e 6 pode estar relacionada à composição das soluções. Mesmo empregando-se soluções SBF que favorecem a deposição de apatitas de interesse biológico (Fosfato tricálcico – TCP, Fosfato octacálcico – OCP e Hidroxiapatita - HA), não se pode especificar precisamente o

tipo de apatita depositada nas condições empregadas nestas amostras. Contudo, pode-se afirmar a existência da formação de um filme biocerâmico, fato este avaliado pela uniformidade das morfologias apresentadas nas microscopias, sobretudo nas amostras imersas em SBF-6.

A formação de uma camada de apatita biologicamente ativa na interface material-osso é um dos métodos capazes de tornar a superfície de um material bioativa. Esta apatita é semelhante, em composição e estrutura, à fase mineralizada do tecido ósseo e atua atraindo células e proteínas para iniciar as reações que resultam na formação da estrutura óssea³¹.

Assim, ao avaliar a bioatividade em liga de NiTi, percebeu-se que a pesagem das amostras corrobora com as características topográficas, onde após o tratamento de superfície a *laser*, ocorreu um aumento da rugosidade superficial, formação de uma superfície porosa e homogênea, com defeitos lineares maiores e mais profundos, o que proporcionou um aumento da superfície de contato e, possivelmente, a presença de uma mistura de óxidos estequiométricos e não estequiométricos com diferentes morfologias e propriedades²⁸, características morfológicas que, possivelmente, favoreceram a deposição de apatita.

O estudo de recobrimento por apatita empregando-se o Método Biomimético em superfície de titânio revelou que na solução SBF-0 a presença de elementos Ca e P numa razão de 1,45, evidenciou uma mistura de fases correspondente ao fosfato octacálcico (OCP) e hidroxiapatita deficiente de cálcio. Já na solução SBF-6, a razão Ca/P foi de 1,53, o que demonstra que a solução SBF-6 tende a favorecer a deposição de apatita de interesse biológico²⁴.

O ensaio de EDS, após a utilização do Método Biomimético em SBF-0 e SBF-6, foi empregado para verificar composição química elementar, tais como a presença de Fósforo (P) e Cálcio (Ca), na tentativa de identificar o tipo de fosfato de cálcio presente na superfície da amostra através do cálculo da relação Ca/P. As amostras apresentaram-se com uma razão molar de aproximadamente 1,0, representando um valor médio da relação Ca/P. Sendo assim,

pode-se afirmar que, possivelmente, estejam presentes outros fosfatos de cálcio além da hidroxiapatita. No segundo momento, após a imersão em SBF-0 para o ensaio da bioatividade, foram encontrados os elementos C, Ti, Ni, Cl, Na, P, Ca, O, Si e Mg (magnésio). Nesse segundo ensaio, não houve interferência para identificação de um elemento químico em especial, já que a intenção era a identificação de todos os componentes presentes na superfície.

A interação dos elementos C (carbono) e O (oxigênio), presentes na amostra, podem resultar na formação de carbeto de titânio (TiC) e óxido de titânio (TiO₂). A camada passiva de óxido de titânio forma-se rapidamente quando o metal entra em contato com oxigênio, sendo um dos óxidos conhecidos mais estáveis.

Desta forma, o tratamento superficial a *laser* ou a combinação com a deposição de apatita pelo Método Biomimético em ligas de NiTi, promoveu uma microtopografia que pode otimizar a interação com as células em meio biológico, reduzindo o tempo de osseointegração. A textura superficial de um biomaterial, incluindo a microtopografia e rugosidade, tem sido relatada como um fator que pode influenciar no sucesso da resposta dos implantes osseointegráveis³².

Conclusão

As análises laboratoriais evidenciaram que as amostras de NiTi modificadas por *laser*, associadas ou não à apatita, apresentaram superfícies com propriedades morfológicas que podem contribuir para uma precoce osseointegração, por possuírem maior rugosidade e área de contato, além da presença de apatitas, que promovem mais rápida adesão do biomaterial ao tecido ósseo, sendo, portanto, mais adequadas para a utilização como biomaterial. Conclui-se que, nas condições estabelecidas para síntese e modificações superficiais da liga de NiTi, o tratamento superficial que obteve o melhor desempenho foi o que associou a irradiação a

laser com a deposição química de apatitas através do Método Biomimético empregando a solução SBF-6, embora um dos requisitos para avaliação da bioatividade, como ganho em massa, não tenha sido estatisticamente significativo.

Referências

1. Tomás HMPG. Avaliação do comportamento à corrosão e da citocompatibilidade de uma liga ortopédica de Co-Cr-Mo [Tese de Doutorado]. Lisboa: Universidade de Lisboa FCUL; 1995.
2. John KRS, Zardiackas LD, Black RJ, Armstrong R. Response of canine bone to a synthetic bone graft material. *Clin Mater* 1993; 12:49-55.
3. Hench LL. Biomaterials: a forecast for the future. *Biomaterials* 1998; 19:1419-23.
4. Souza-Filho BS, Araújo CJ, Guastaldi AC, Carvalho LH. Caracterização de materiais com efeito memória de forma a base de Ni-Ti tratadas a *laser* para aplicação médica. *Ver Electr Mater Proces.* 2011; 6(1):59-76.
5. Soares GAS. Biomateriais: classificação, seleção e avaliação. Rio de Janeiro: COPPE/UFRJ; 2002.
6. Williams DF, Williams RL. Degradative effects of the biological environmental metals and ceramics. In: Ratner BD, Hoffman AS, Achoen FJ, Lemons JE. *Biomaterials Science an introduction to materials in medicine.* San Diego: Academic Press; 1996. p. 260-67.
7. Mears DC. Metals in medicine and surgery. *Intern Metals Rev* 1997; 218:119-55.
8. Disegi JA, Eschback L. Stainless steel in bone surgery. *Injury* 2000; 31:2-6.
9. Catão CDS. Obtenção e Avaliação de Ligas de Nitinol tratadas a LASER: Perspectiva para Aplicação em Implantes Dentários [Tese de Doutorado]. Campina Grande: Universidade Federal de Campina Grande; 2011.
10. Krone L, Mentz J, Bram M, Buchkremer HP, Stover D. The potential of powder metalurgy for the fabrication of biomaterials on the basis of Nickel-Titanium: A case study with a staple showing shape memory behaviour. *Advan Engin Mater* 2005; 7:613-9.
11. Mertmann M. Memory-Metalle, Weil amRhein [homepage na internet]. Germany:Technology & Services; 2000 [atualizada em 2000 Aug 27; acesso em 2011 Aug 18]. NiTi: the material for implantsandinstruments; [aproximadamente 2 telas]. Disponível em: <http://www.memorymetalle.com.de>

12. Puleo DA, Nanci A. Understanding and controlling the bone-implant interface. *Biomaterials*. 1999; 20(23):2311-21.
13. Cooper LF. A role for surface topography in creating and maintaining bone at titanium endosseous implants. *J Prosth Dentistry* 2000; 84:522-34.
14. Le Gue´Hennec L, Soueidan A, Layrolle P, Amouriq Y. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. *Dent Mater* 2007; 23:844-54.
15. György E, Pérez Del Pino A, Serra P, Morenza JL. Chemical composition of dome-shaped structures grown on titanium by multi-pulse Nd:YAG LASER irradiation. *Appl Surface Science* 2004; 222:415-22.
16. Sisti KE, Garcia Júnior IR, Guastaldi AC, Antonioli ACMB, De Rossi R, Brochado Neto AL. Analyse titanium surface irradiated with LASER, with and without deposited of durapatite. *Acta Cir Bras* 2006; 21(4):57-62.
17. Klokkevold PR, Nishimura RD, Adachi M, Caputo A. Osseointegration enhanced by chemical etching of the titanium surface: a torque removal study in the rabbit. *Clin Oral Implants Research* 1997; 8(6):442-7.
18. De Carvalho BM, Pellizzer EP, De Moraes SLD, Falcón-Antenucci R, Ferreira Júnior JS. Tratamentos de superfície nos implantes dentários. *Rev Cir Traumatol Buco Maxilofac* 2009; 9(1):123-30.
19. Lavisse L, Grevey D, Langlade C, Vannes B. The early stage of the LASER-induced oxidation of titanium substrates. *Appl Surface Science* 2002; 186:150-5.
20. Godley R, Starosvetsky D, Gotman I. Bonelike apatite formation niobium metal treated in aqueous NaOH. *J Mater Science: Mater in Med* 2004; 15(10):1073-7.
21. Storz O, Gasthuber H, Woydt M. Tribological properties of thermalsprayed Magnéli-type coatings with different stoichiometries (TiO_{2n-1}). *Surface & Coatings Technol* 2001; 140:76-81.
22. EDG Equipamentos e Controles Ltda. DISCOVERY Plasma: Manual de instalação, operação e manutenção. São Paulo; 2005.
23. Abe Y, Kokubo T, Yamamuro T. Apatite coating on ceramics, metals and polymers utilizing a biological process. *J Mater Science: Mater in med* 1990; 1(4):233-8.
24. Aparecida AH. Recobrimento de apatitas empregando-se o método biomimético: Estudo da Influência dos Íons K^+ , Mg^{2+} , SO_4^{2-} e HCO_3^- na formação de hidroxiapatita [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Instituto de Química da Universidade Estadual Paulista; 2006.
25. Fook MVL. Desenvolvimento da técnica de deposição de hidroxiapatita na superfície de polietileno de ultra-peso molecular para aplicação como biomaterial [Tese de

- Doutorado]. Araraquara: Instituto de Química da Universidade Estadual Paulista; 2005.
26. Almeida Filho E. Avaliação do Tratamento Térmico em Recobrimentos Cerâmicos Bioativos pelo Método Biomimético sobre Titânio c.p. modificados pelo Laser Nd:YAG [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Instituto de Química da Universidade Estadual Paulista; 2008.
 27. Hsu SH, Liu BS, Lin WH, Chiang HC, Huang SC. Characterization and biocompatibility of a titanium dental implant with a laser irradiated and dual-acid etched surface. *Biomed Mater Eng* 2007; 17:53-68.
 28. Sisti EK. Estudo da topografia e da osseointegração de implante de titânio sob ação do laser, com ou sem deposição de hidroxiapatita em coelhos [Tese de Doutorado]. Campo Grande: Universidade Federal de Mato Grosso do Sul; 2011.
 29. Tavares HS. Estudo *in vitro* da interação de titânio irradiado por feixe de *laser* Yb:YAG com e sem recobrimento de apatitas, empregando-se cultura de células estaminais humana [Tese de Doutorado]. Araraquara: Instituto de Química da Universidade Estadual Paulista; 2009.
 30. Guastaldi AC. Engenharia de superfície do titânio para aplicações biomédicas. *Metalurgia e Materiais* 2003; 59(535):442-4.
 31. Kokubo T, Kim HM, Nishiguchi S, Nakamura T. *In vivo* apatite formation induced on titanium metal and its alloys by chemical treatment. *Key Engineering Materials*. 2001; 192-195:3-6.
 32. Chen MF, Yang XJ, Hu RX, Cui ZD, Man HC. Bioactive NiTi shape memory alloy used as bone bonding implants. *Materials Science and Engineering* 2004; 6(1):497-502.

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

As análises laboratoriais evidenciaram que as amostras de NiTi modificadas por *laser*, associadas ou não à apatita, apresentaram superfícies com propriedades morfológicas que podem contribuir para uma precoce osseointegração, por possuírem maior rugosidade e área de contato, além da presença de apatitas, que promovem mais rápida adesão do biomaterial ao tecido ósseo, sendo, portanto, mais adequadas para a utilização como biomaterial. Conclui-se que, nas condições estabelecidas para síntese e modificações superficiais da liga de NiTi, o tratamento superficial que obteve o melhor desempenho foi o que associou a irradiação a *laser* com a deposição química de apatitas através do Método Biomimético empregando a solução SBF-6, embora um dos requisitos para avaliação da bioatividade, como ganho em massa, não tenha sido estatisticamente significativo.

APÊNDICE A – Metodologia da pesquisa detalhada

TIPO E LOCAL DA PESQUISA

O presente trabalho teve caráter teórico-experimental, onde a parte teórica foi desenvolvida na Unidade Acadêmica de Ciências Biológicas, Campus UFCG de Patos-PB, e a parte experimental foi realizada no Laboratório de Certificação e Desenvolvimento de Biomateriais do Nordeste – CERTBIO, no Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas – LaMMEA, ambos da Universidade Federal de Campina Grande – CCT/UFCG, e em parceria com o Instituto de Química da Universidade Estadual Paulista – UNESP de Araraquara-SP.

PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Obtenção da liga pela técnica *Plasma Skull Push Pull*

O projeto envolveu a análise de amostras de liga de NiTi (45,3% de Ni e 54,7% de Ti), previamente confeccionadas, sendo compostas pelos elementos níquel comercial puro (>99,9%) e titânio biomédico ASTM F67-88 (grau 4).

A fabricação da liga de NiTi foi realizada no equipamento de fusão a plasma, da marca EDG, modelo *Discovery All* (EDG Equipamentos, São Carlos, São Paulo, Brasil), o qual utiliza o plasma térmico como meio de transmissão de energia para fundir a maioria dos metais. Para tanto, foi empregado o processo *Skull* de fusão, em que o material é fundido sobre uma fina camada dele mesmo (EDG LTDA, 2005). O equipamento *Discovery* utiliza o processo de fundição e conformação através do sistema *Push-Pull*, no qual o molde é submetido a uma pressão de 0,2 MPa (2 kg/cm²) na parte superior e vácuo na parte inferior resultando em uma fundição de alta qualidade e total segurança. A máquina de fusão a plasma pode ser visualizada na Figura 6, e na Figura 7, temos a sequência da obtenção de ligas com memória de forma pela técnica *Plasma Skull Push Pull*.

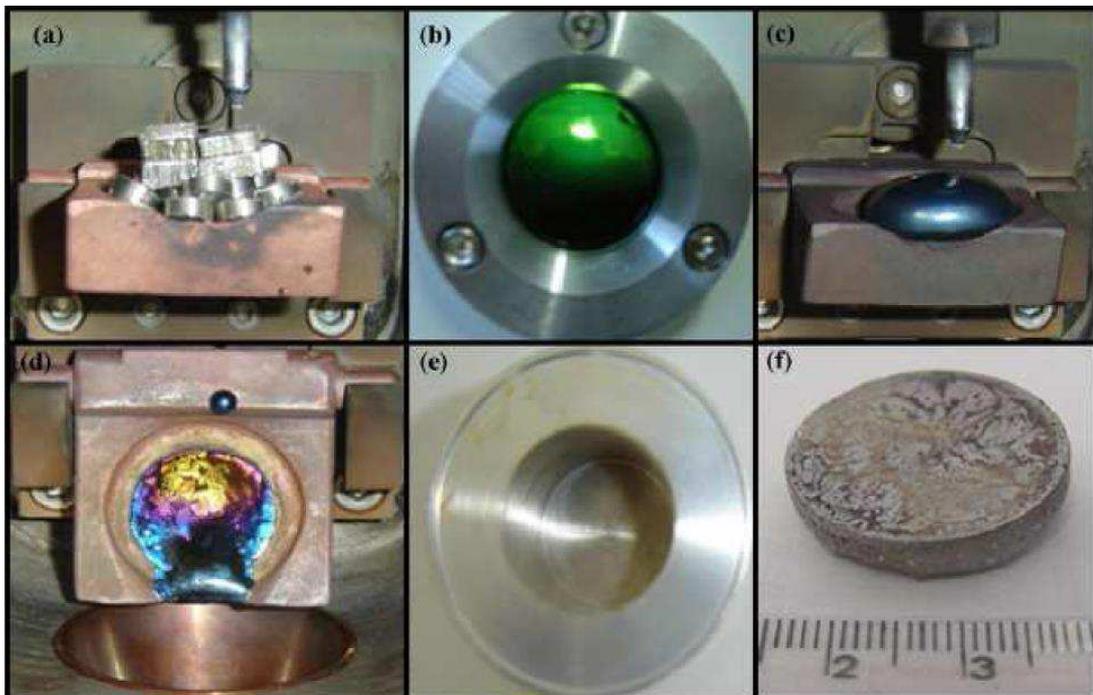
As amostras foram divididas em grupos para posterior análise e comparação de resultados (Tabela 2), de acordo com as modificações superficiais apresentadas. Os ensaios foram feitos em triplicata e as amostras classificadas em: polidas (grupo controle), com ataque superficial por *laser* Ytterbium pulsado, com associação de *laser* e deposição de apatitas por SBF-0 e, por último, ataque a *laser* e deposição de apatitas por SBF-6, totalizando doze amostras, sendo três por grupo.

Figura 6 - Máquina de fusão a plasma – *Discovery All*.



Fonte: CATÃO, 2011.

Figura 7 - Processo de fusão a plasma pelo método *Skull Push-Pull*. (a) Elementos no cadinho de cobre; (b) Tocha de plasma; (c) Botão de liga com memória de forma após fusão; (d) Cadinho após a injeção; (e) Coquilha de alumínio; (f) Pastilha obtida pela injeção do botão fundido em molde metálico.



Fonte: ARAÚJO et al., 2009.

Tabela 2 - Distribuição das amostras de acordo com cada grupo.

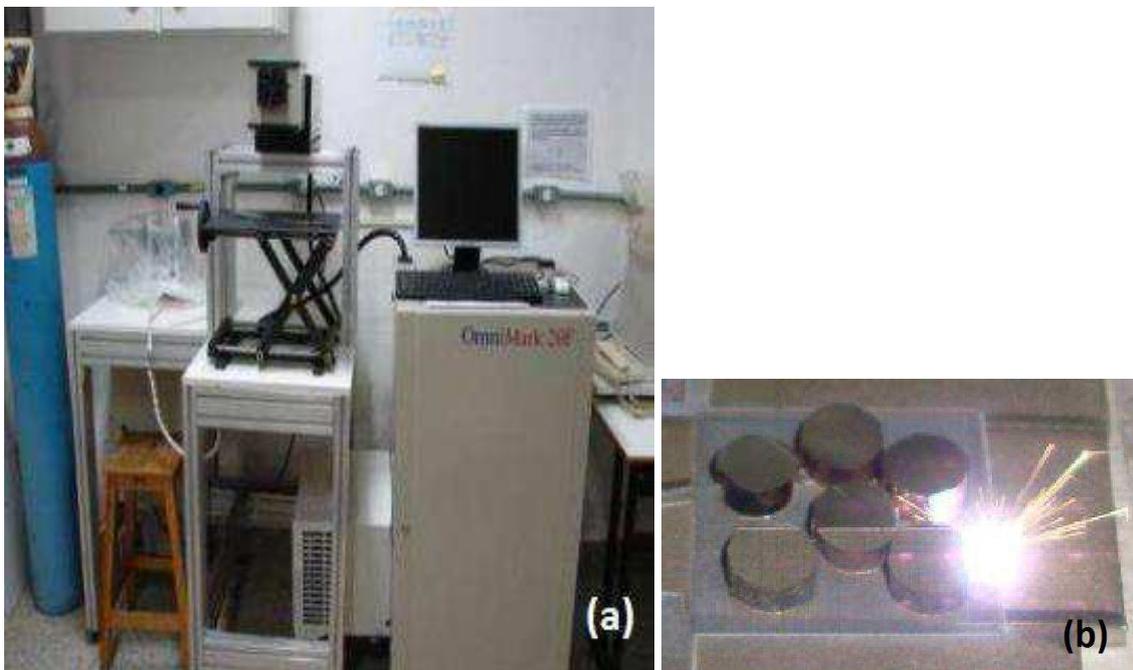
	Apenas polidas (controle)	Tratadas a LASER	Tratadas a LASER + SBF-0	Tratadas a LASER + SBF-6
Quantidade de amostras	3	3	3	3

Fonte: Dados do autor.

Modificação superficial da liga de NiTi por *laser*

O procedimento de modificação superficial através do *laser* foi realizado no equipamento *laser Yb:YAG*, com potência 20 W pulsado e frequência de 20 Hz (*Pulsed Ytterbium Fiber Laser*, Sistema Omnimark 20F, Ominitek Tecnologia Ltda, São Paulo, Brasil), a Figura 8 (a) mostra o equipamento *laser Ytterbium:YAG* do Departamento de Química do Instituto de Química da UNESP de Araraquara. Todas as amostras foram irradiadas com a mesma distância focal e pelo mesmo operador em atmosfera ambiente (Figura 8 b). Buscou-se caracterizar a liga de NiTi após tratamento de superfície a *laser*, com e sem deposição de apatita, visando aplicações em implantes dentários.

Figura 8 - Equipamento *laser Ytterbium:YAG* (a); amostras de NiTi submetidas ao *laser* (b).



Fonte: CATÃO, 2011.

Modificação superficial da liga de NiTi pelo Método Biomimético

Do total de amostras tratadas a *laser* (nove amostras), apenas seis sofreram ataque químico com uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) com molaridade 5 M, por um período de 24h a 60° C, em seguida foram lavadas em água corrente e, posteriormente, submetidas a secagem em estufa por 3h a 60°C. O ataque alcalino teve em vista a ativação da superfície e formação de titanato de sódio, que é mais reativo que o óxido de titânio, o que propicia uma deposição mais satisfatória de apatitas na superfície do biomaterial.

Dessa forma, seis das amostras modificadas superficialmente a *laser* foram submetidas ao recobrimento pelo Método Biomimético, por meio da imersão em solução SBF (*Simulated Body Fluid*), tipo 0 proposta por Abe, Kokubo e Yamamuro (1990) ou SBF tipo 6, estabelecida por Aparecida (2006), com molaridade 1,5 M, cujas concentrações iônicas estão descritas na tabela 3. Estas soluções foram empregadas com o objetivo de analisar o efeito das modificações superficiais sobre a fase de apatita depositada de acordo com o tipo de SBF utilizado. Além disso, as SBFs foram aplicadas, por estimularem a formação de apatita, como também reduzirem o período de indução de fosfato de cálcio amorfo (ACP), proporcionando uma uniformidade da morfologia da superfície da liga após o recobrimento com apatitas (APARECIDA, 2006).

Tabela 3 – Concentrações iônicas das soluções SBF utilizadas tipo 0 e 6 (mmol.dm⁻³).

	Na ⁺	K ⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Cl ⁻	HPO ₄ ²⁻	SO ₄ ²⁻	HCO ₃ ⁻
SBF 0 (convencional)	142,0	5,0	1,2	2,5	147,8	1,0	0,5	4,2
SBF 6 (modificado)	140,4	-	-	3,1	142,9	1,86	-	5,0

Fonte: APARECIDA, 2006.

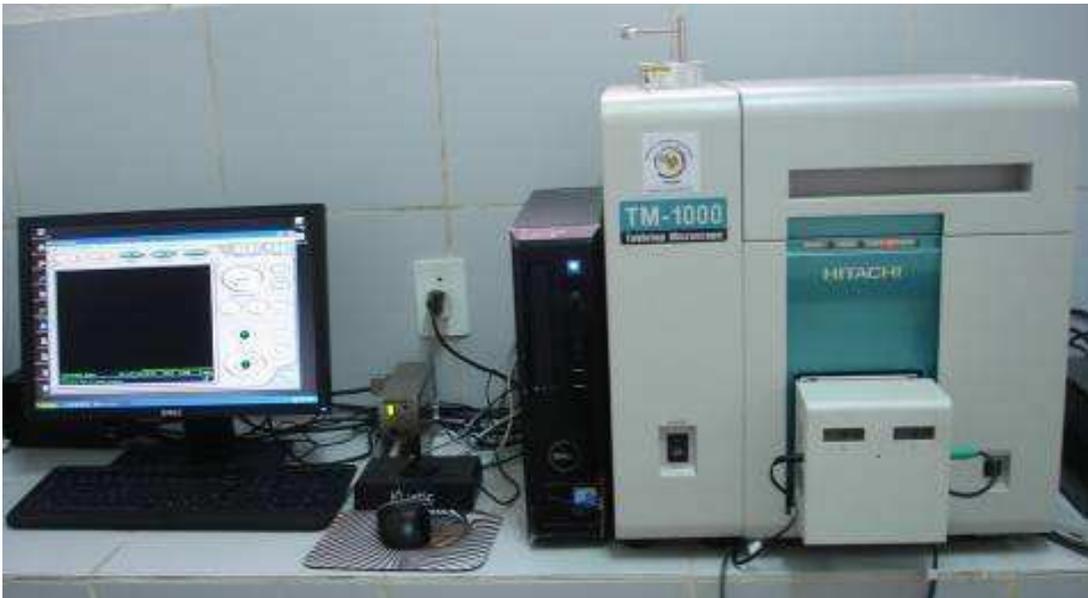
As amostras permaneceram imersas em SBF tipo 0 a 1 M, por um período de 7 dias, mantidas em estufa a 37°C e pH 7,4, com substituição da solução em intervalos de 24h, 48h e 48h, objetivando favorecer as condições de super-saturação da solução e, conseqüentemente, induzir a formação do recobrimento uniforme de apatita sobre a superfície da amostra (FOOK, 2005). Posteriormente à deposição, as amostras foram tratadas termicamente a 800°C por 1 hora, com o propósito de aumentar a cristalinidade das apatitas depositadas, e através do crescimento dos cristais, densificar a camada de biocerâmica sobre o metal, bem como

diminuir sua solubilidade em meio aquoso (ALMEIDA FILHO, 2008), para tanto, o equipamento utilizado foi o forno da marca EDG Equipamentos (EDG Equipamentos, São Carlos, São Paulo, Brasil), com taxa de aquecimento de 10°C/ minuto. A temperatura que foi utilizada no tratamento térmico está de acordo com o diagrama de fases da liga, não proporcionando modificações nas condições e propriedades do substrato metálico.

CARACTERIZAÇÃO DAS SUPERFÍCIES DA LIGA DE NITI

Para avaliação da bioatividade, as amostras foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) - modelo TM-1000 (Hitachi High Technologies Corporation, Minato-ku, Tóquio, Japão) e por Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) – mesmo modelo do MEV, a fim de verificar a topografia superficial e composição química após a deposição da apatita. Na Figura 9, podemos visualizar Microscópio Eletrônico de Varredura. A pesagem das amostras foi realizada antes e após a imersão em SBF tipo 0 a 1 M, na balança eletrônica de precisão da marca *Ohaus Adventurer*, modelo AR2140, (Ohaus Corporation, Florham Park, New Jersey, USA), com o intuito de avaliar o comportamento do biomaterial antes e após o contato com o fluido que mimetiza o meio biológico.

Figura 9 - Microscópio Eletrônico de Varredura.



Fonte: CATÃO, 2011.

Os dados obtidos foram analisados através dos testes estatísticos *T-student* pareado e ANOVA (*Analysis of Variance*), com nível de significância de 5%, através dos programas Microsoft Excel® versão 2010 e Statística® versão 10.0 para Windows, além das análises qualitativas.

ALMEIDA FILHO, E. **Avaliação do Tratamento Térmico em Recobrimentos Cerâmicos Bioativos pelo Método Biomimético sobre Titânio c.p. modificados pelo Laser Nd:YAG.** 2008. 100f. Dissertação (Mestrado)–Universidade Estadual Paulista, Araraquara, SP, 2008.

APARECIDA, A. H. **Recobrimento de Apatitas Empregando-se o Método Biomimético: Estudo da Influência dos Íons K⁺, Mg²⁺, SO₄²⁻ e HCO₃⁻ na Formação de Hidroxiapatita.** 2006. 115f. Dissertação (Mestrado)–Universidade Estadual Paulista, Araraquara, SP, 2006.

ARAÚJO, C. J. et al. Fabrication of shape memory alloys using the plasma skull push-pull process. **Journal of materials processing technology**, New York, v. 7, n. 1, p. 3657-3664, Apr. 2009.

EDG LTDA. Discovery Plasma: Manual de Instalação, Operação e Manutenção. EDG Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos, Brasil, 2005.

FOOK, M. V. L. **Desenvolvimento da técnica de deposição de hidroxiapatita na superfície de polietileno de ultra-peso molecular para aplicação como biomaterial.** 2005. 128 f. Tese (Doutorado)–Universidade Estadual Paulista, Araraquara, SP, 2005.

ANEXO A – Carta de submissão à revista

RFO UPF

Revista da Faculdade de Odontologia Universidade de Passo Fundo

Passo Fundo, 03 de dezembro de 2013.

Prezados Autores

Informamos que recebemos no dia 10 de novembro de 2013 o manuscrito intitulado “**Avaliação da bioatividade de ligas de NiTi tratadas a laser para aplicação odontológica**” da autoria de Anny Mirene Alves Moreira, Carmem Dolores de Sá Catão, Marcus Vinícius Lia Fook, Isabel Portela Rabello, Carlos José Araújo e Renata de Souza Coelho Soares. O mesmo fica registrado sob **3610** e foi encaminhado para avaliação.

Observação: Os conselheiros poderão indicar correções ou sugerir modificações quantas vezes forem necessárias. Após realizadas as correções ou modificações do artigo pelos autores, o mesmo poderá receber parecer desfavorável para publicação se as mesmas não forem consideradas satisfatórias pelos revisores.

Cordialmente,

Dra. Márcia Borba
Editora de Área da RFOUPF

99001-979 - Caixa Postal 611 – Passo Fundo – RS
Fone (54) 3316-8404 – Fax (54) 3316-8403
E-mail: revfo@upf.br

ANEXO B – Normas da revista

Diretrizes para Autores

Normas RFO

A RFO UPF é uma publicação quadrimestral dirigida à classe odontológica que tem por objetivo disseminar e promover o intercâmbio de informações científicas, indexada nas bases de dados da BBO (Bibliografia Brasileira de Odontologia), LILACS (Literatura Latino-Americana e do Caribe em Ciências da Saúde), Latindex (Sistema Regional de Información en Línea para Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal), Rev@odonto e Portal de Periódicos CAPES.

A RFO UPF divulga artigos inéditos de investigação científica; resumos de teses, dissertações e monografias; relatos de casos clínicos e artigos de revisão sistemática que representam contribuição efetiva para a área do conhecimento odontológico.

Os manuscritos deverão ser encaminhados somente via submissão online utilizando o website <http://www.upf.br/seer/index.php/rfo>

1 – Normas gerais

a) Os conceitos e informações emitidos no texto são de inteira responsabilidade do(s) autor(es), não refletindo, necessariamente, a opinião do Conselho Editorial e Científico da revista.

b) Todos os manuscritos serão submetidos, inicialmente, à apreciação dos Editores de Área e, se adequados à revista, serão submetidos a um Conselho Científico; posteriormente os autores serão notificados pelo editor, tanto no caso de aceitação do artigo como da necessidade de alterações e revisões ou rejeição do trabalho. Eventuais modificações na forma, estilo ou interpretação dos artigos só ocorrerão após prévia consulta e aprovação por parte do(s) autor(es).

c) A correção das provas tipográficas estará a cargo dos autores.

d) Cada trabalho publicado dará direito a um exemplar impresso da revista. Por solicitação do(s) autor(es) poderão ser fornecidos exemplares adicionais, sendo-lhes levado a débito o respectivo acréscimo.

e) Serão aceitos para revisão manuscritos com, no máximo, seis autores.

2 – Apresentação dos originais

Os artigos destinados à RFO UPF deverão ser redigidos em português ou em inglês, de acordo com o estilo dos Requisitos Uniformes para Originais submetidos a Revistas Biomédicas, conhecido como Estilo de Vancouver, versão publicada em outubro de 2005, elaborada pelo Comitê Internacional de Editores de Revistas Médicas (ICMJE) e baseado no padrão ANSI, adaptado pela U.S. National Library of Medicine.

O texto deverá ser digitado em fonte Times New Roman tamanho 12, papel tamanho A4, com espaço duplo e margens de 3 cm de cada lado, perfazendo um total de, no máximo, 20 páginas, incluindo tabelas, quadros, esquemas, ilustrações e respectivas legendas. As páginas deverão ser numeradas com algarismos arábicos no ângulo superior direito da folha. O título do artigo (em português e em inglês), assim como os subtítulos que o compõem deverão ser impressos em negrito. Deverão ser grafadas em itálico palavras e abreviaturas escritas em outra língua que não a portuguesa, como o latim (ex: *in vitro*) e o inglês (ex: *single bond*). As grandezas, unidades, símbolos e abreviaturas devem obedecer às normas internacionais ou, na ausência dessas, às normas nacionais correspondentes.

Qualquer trabalho que envolva estudo com seres humanos, incluindo-se órgãos e/ou tecidos separadamente, bem como prontuários clínicos ou resultados de exames clínicos, deverá estar de acordo com a Resolução 196/96 do Conselho Nacional de Saúde e seus complementos, e ser acompanhado da aprovação de uma Comissão de Ética em Pesquisa.

Não devem ser utilizados no material ilustrativo nomes ou iniciais dos pacientes, tampouco registros hospitalares. Nos experimentos com animais, devem ser seguidos os guias da Instituição dos Conselhos Nacionais de Pesquisa sobre o uso e cuidados dos animais de laboratório, e o estudo deve ser acompanhado da aprovação da Comissão de Ética no Uso de Animais (CEUA).

No caso de trabalhos aceitos para publicação totalmente em inglês, correrá por conta dos autores o custo de revisão gramatical, com tradutor indicado pela Coordenação de Editoração do periódico. O custo da revisão gramatical da língua inglesa será repassado aos

autores. A submissão de um manuscrito em língua inglesa à RFO-UPF implica na aceitação prévia desta condição. O mesmo é válido para a revisão gramatical dos abstracts.

2.1 – Composição dos manuscritos

Na elaboração dos manuscritos deverá ser obedecida a seguinte estrutura:

a) página de rosto

- título do manuscrito no primeiro idioma (que deve ser conciso mas informativo);
- título do manuscrito no segundo idioma (idem ao item anterior);
- nome(s) do(s) autor(es) por extenso, com seu grau acadêmico mais alto e sua filiação institucional (se houver), departamento, cidade, estado e país;
- nome do(s) departamento(s) ou instituição(ões) aos quais o trabalho deve ser atribuído;
- o nome e o endereço do autor responsável pela correspondência sobre o original.

b) resumo e palavras-chave

O resumo deve ser estruturado e apresentar concisamente, em um único parágrafo, os objetivos do estudo ou investigação, procedimentos básicos (seleção da amostra, métodos analíticos), principais achados (dados específicos e sua significância estatística, se possível) e as principais conclusões, enfatizando aspectos novos e importantes do estudo ou das observações. Não deve conter menos de 150 e mais de 250 palavras. Deve apresentar as seguintes subdivisões: objetivo, métodos, resultados e conclusão (para investigações científicas); objetivo, relato de caso e considerações finais (para relatos de caso); e objetivos, revisão de literatura e considerações finais (para revisão de literatura). Abaixo do resumo, fornecer, identificando como tal, 3 a 5 palavras-chave ou expressões que identifiquem o conteúdo do trabalho. Para a determinação destas palavras-chave, deve-se consultar a lista de “Descritores em Ciências da Saúde - DeCS”, elaborada pela Bireme, e a de “Descritores em Odontologia – DeOdonto”, elaborada pelo SDO/FOUSP.

c) abstract e keywords

Idem ao item anterior. Sua redação deve ser paralela à do resumo.

d) texto

No caso de investigações científicas, o texto propriamente dito deverá conter os seguintes capítulos: introdução, materiais e método, resultados, discussão, conclusão e agradecimentos (quando houver).

No caso de artigos de revisão sistemática e relatos de casos clínicos, pode haver flexibilidade na denominação destes capítulos.

- **Introdução:** estabelecer o objetivo do artigo e apresentar as razões para a realização do estudo. Citar somente as referências estritamente pertinentes e não incluir dados ou conclusões do trabalho que está sendo relatado. A hipótese ou objetivo deve ser concisamente apresentada no final desta seção. Extensas revisões de literatura devem ser evitadas e substituídas por referências aos trabalhos bibliográficos mais recentes, nos quais certos aspectos e revisões já tenham sido apresentados.
- **Materiais e método:** identificar os materiais, equipamentos (entre parênteses dar o nome do fabricante, cidade, estado e país de fabricação) e procedimentos em detalhes suficientes para permitir que outros pesquisadores reproduzam os resultados. Dar referências de métodos estabelecidos, incluindo métodos estatísticos; descrever métodos novos ou substancialmente modificados, dar as razões para usá-los e avaliar as suas limitações. Identificar com precisão todas as drogas e substâncias químicas utilizadas, incluindo nome(s) genérico(s), dose(s) e via(s) de administração.
- **Resultados:** devem ser apresentados em seqüência lógica no texto, nas tabelas e nas ilustrações com o mínimo possível de discussão ou interpretação pessoal. Não duplicar dados em gráficos e tabelas. Não repetir no texto todas as informações das tabelas e ilustrações (ênfatisar ou resumir informações importantes).
- **Discussão:** deve restringir-se ao significado dos dados obtidos, evitando-se hipóteses não fundamentadas nos resultados, e relacioná-los ao conhecimento já existente e aos obtidos em outros estudos relevantes. Ênfatisar os aspectos novos e importantes do estudo. Não repetir em detalhes dados já citados nas seções de Introdução ou Resultados. Incluir implicações para pesquisas futuras.
- **Conclusão:** deve ser associada aos objetivos propostos e justificada nos dados obtidos. A hipótese do trabalho deve ser respondida.
- **Agradecimentos:** citar auxílio técnico, financeiro e intelectual que por ventura possam ter contribuído para a execução do estudo.
- **Formas de citação no texto:**

No texto, utilizar o sistema numérico de citação, no qual somente os números-índices das referências, na forma sobrescrita, são indicados. Números seqüenciais devem ser

separados por hífen; números aleatórios devem ser separados por vírgula. Evitar citar os nomes dos autores e o ano de publicação. Somente é permitida a citação de nomes de autores (seguidos de número-índice e ano de publicação do trabalho) quando estritamente necessário, por motivos de ênfase.

Exemplos de citação de referências bibliográficas no texto:

- “...manifesta-se como uma dor constante, embora de intensidade variável³.
- “Entre as possíveis causas da condição estão citados fatores psicogênicos, hormonais, irritantes locais, deficiência vitamínica, fármacos e xerostomia^{1-4,6,9,15}.
- 1 autor: Field⁴ (1995)...;
- 2 autores: Feinmann e Peatfield⁵ (1995)...;
- mais do que 2 autores: Sonis ^{.8} (1995)...;

e) referências

As referências devem ser ordenadas no texto consecutivamente na ordem em que foram mencionadas, numeradas e normatizadas de acordo com o Estilo Vancouver, conforme orientações fornecidas pelo International Committee of Medical Journal Editors no “Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical Journals” (<http://www.icmje.org>). Os títulos de periódicos devem ser abreviados de acordo com o “List of Journals Indexed in Index Medicus” (<http://www.nlm.nih.gov/tsd/serials/lji.html>) e impressos sem negrito, itálico ou grifo, devendo-se usar a mesma apresentação em todas as referências. Os sobrenomes dos autores devem ser seguidos pelos seus prenomes abreviados sem ponto ou vírgula. Usar a vírgula somente entre os nomes dos diferentes autores.

Nas publicações com até seis autores, citam-se todos; nas publicações com sete ou mais autores, citam-se os seis primeiros e, em seguida, a expressão latina “et al.”. Incluir ano, volume, número (fascículo) e páginas do artigo logo após o título do periódico. Deve-se evitar a citação de comunicações pessoais, trabalhos em andamento e os não publicados; caso seja estritamente necessária sua citação, não devem ser incluídos na lista de referências, mas citados em notas de rodapé. A exatidão das referências bibliográficas é de responsabilidade dos autores.

Exemplos de referências:

Livro:

Netter FH. Atlas de anatomia humana. 2. ed. Porto Alegre:Artes Médicas Sul; 2000.

Livro em suporte eletrônico:

Wothersponn AC, Falzon MR, Isaacson PG. Fractures: adults and old people [monograph on CD-ROM]. 4. ed. New York: Lippincott-Raven; 1998.

Ueki N, Higashino K, Ortiz-Hidalgo CM. Histopathology [monograph online].

Houston: Addison Books; 1998. [cited Jan 27]. Available from: URL: <http://www.hist.com/dentistry>.

Capítulo de livro:

Estrela C, Bammann LL. Medicação intracanal. In: Estrela C, Figueiredo JAP. Endodontia. Princípios biológicos e mecânicos. 2. ed. São Paulo: Artes Médicas; 1999. p. 571-653.

Capítulo de livro em suporte eletrônico:

Chandler RW. Principles of internal fixation. In: Wong DS, Fuller LM. Prosthesis [monograph on CD-ROM]. 5. ed. Philadelphia: Saunders; 1999.

Tichemor WS. Persistent sinusitis after surgery. In: Tichenor WS. Sinusitis: treatment plan that works for asthma and allergies too [monograph online]. New York: Health On the Net Foundation; 1996.[cited 1999 May 27]. Available from: URL: <http://www.sinuses.com/postsurg.htm>.

Editor(es) ou compilador(es) como autor(es) de livros:

Avery JK, editor. Oral development and histology. 2. ed. New York: Thieme Medical Publishers; 1994.

Organização ou sociedade como autor de livros:

American Dental Association and American Academy of Periodontology. Introduce dentist to new time saving periodontal evaluation system. Washington: The Institute; 1992.

Artigo de periódico:

Barroso LS, Habitante SM, Silva FSP. Estudo comparativo do aumento da permeabilidade dentinária radicular quando da utilização do hipoclorito de sódio. J Bras Endod 2002; 11(3):324-30.

McWhinney S, Brown ER, Malcolm J, VillaNueva C, Groves BM, Quaife RA, et al. Identification of risk factors for increased cost, charges, and length of stay for cardiac patients. *Ann Thorac Surg* 2000;70(3):702-10.

Artigo de periódico em suporte eletrônico:

Nerallah LJ. Correção de fístulas pela técnica de bipartição vesical. *Urologia On line* [periódico online] 1998 [citado 1998 Dez 8]; 5(4):[telas]. Disponível em URL: <http://www.epm.br/cirurgia/uronline/ed0798/fistulas.htm>.

Chagas JCM, Szejnfeld VL, Jorgetti V, Carvalho AB, Puerta EB. A densitometria e a biópsia óssea em pacientes adolescentes. *Rev Bras Ortop* [periódico em CD-ROM] 1998; 33(2).

Artigo sem indicação de autor:

Ethics of life and death. *World Med J* 2000; 46:65-74.

Organização ou sociedade como autor de artigo:

World Medical Association Declaration of Helsinki. Ethical principles for medical research involving human subjects. *Bull World Health Organ* 2001; 79:373-4.

Volume com suplemento:

Shen HM, Zhang QF. Risk assessment of nickel carcinogenicity and occupational lung cancer. *Environ Health Perspect* 1994;102 Suppl 1:275-82.

Fascículo sem indicação de volume:

Graf R. Hip sonography: how reliable? Dynamic versus static examination. *Clin Orthop* 1992; (218):18-21.

Sem volume ou fascículo:

Brown WV. The benefit of aggressive lipid lowering. *J Clin Practice* 2000:344-57.

Clement J, de Bock R. Hematological complications [abstract]. *Quintessence Int* 1999; 46:1277.

Errata:

White P. Doctors and nurses. Let's celebrate the difference between doctors and nurses. [published erratum in *Br Med J* 2000;321(7264):835]. *Br Med J* 2000; 321(7262):698.

Artigo citado por outros autores – apud:

O'Reilly M, Yanniello GJ. Mandibular growth changes and maturation of cervical vertebrae. A longitudinal cephalometric study (1988) apud Mito T, Sato K, Mitani H. Predicting mandibular growth potential with cervical vertebral bone age. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2003; 124(2):173-7.

Dissertações e Teses:

Araújo TSS. Estudo comparativo entre dois métodos de estimativa da maturação óssea [Dissertação de Mestrado]. Piracicaba: Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Unicamp; 2001.

Dissertações e teses em suporte eletrônico:

Ballester RY. Efeito de tratamentos térmicos sobre a morfologia das partículas de pó e curvas de resistência ao CREEP em função do conteúdo de mercúrio, em quatro ligas comerciais para amálgama [Tese em CD-ROM]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 1993.

Trabalho apresentado em evento:

Cericato GO, Cechinato F, Moro G, Woitchunas FE, Cechetti D, Damian MF. Validade do método das vértebras cervicais para a determinação do surto de Crescimento Puberal. In: 22ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica: 2005; Águas de Lindóia. *Anais. Brazilian Oral Research*; 2005. p.63

Trabalho de evento em suporte eletrônico:

Gomes SLR. Novos modos de conhecer: os recursos da Internet para uso das Bibliotecas Universitárias [CD-ROM]. In: 10º Seminário Nacional de Bibliotecas Universitárias; 1998 Out 25-30; Fortaleza. *Anais. Fortaleza: Tec Treina*; 1998.

Barata RB. Epidemiologia no século XXI: perspectivas para o Brasil. In: 4º Congresso Brasileiro de Epidemiologia [online]; 1998 Ago 1-5; Rio de Janeiro. *Anais eletrônicos. Rio de Janeiro: ABRASCO*; 1998 [citado 1999 Jan 17]. Disponível em URL: <http://www.abrasco.com.br/epirio98/>.

Documentos legais:

Brasil. Portaria n. 110, de 10 de março de 1997. *Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, 18 mar 1997, seção 1, p. 5332.*

f) tabelas, quadros, esquemas e gráficos

Devem ser inseridos ao longo do texto, logo após sua citação no mesmo. Devem ser numerados consecutivamente em algarismos arábicos. As legendas das tabelas e dos quadros devem ser colocadas na parte superior dos mesmos e quando for necessário, incluir logo abaixo destes uma listagem dos símbolos, abreviaturas e outras informações que facilitem sua interpretação. As legendas de esquemas e gráficos devem ser colocadas na parte inferior dos mesmos. Todas as tabelas e todos os quadros, esquemas e gráficos, sem exceção, devem ser citados no corpo do texto.

Obs.: Os gráficos deverão ser considerados como “figuras” e constar da seqüência numérica juntamente com as imagens.

g) imagens (fotografias, radiografias e microfotografias)

Imagens digitais deverão ser submetidas em tamanho e resolução adequados (300 dpi). Não serão aceitas imagens digitais artificialmente “aumentadas” em programas computacionais de edição de imagens. A publicação de imagens coloridas é de opção dos autores que devem manifestar seu interesse caso o manuscrito seja aceito para publicação. O custo adicional da publicação das imagens coloridas é de responsabilidade do(s) autor(es).

Todas as imagens, sem exceção, devem ser citadas no texto. As microfotografias deverão apresentar escala apropriada.

Poderão ser submetidas um máximo de oito imagens, desde que sejam necessárias para a compreensão do assunto.

TRANSFERÊNCIA DE DIREITOS AUTORAIS

A submissão dos originais à REV/FO implica transferência dos direitos autorais da publicação impressa e digital.

CONDIÇÕES PARA SUBMISSÃO

Como parte do processo de submissão, os autores são obrigados a verificar a conformidade da submissão em relação a todos os itens listados a seguir. As submissões que não estiverem de acordo com as normas serão devolvidas aos autores.

A contribuição é original e inédita, e não está sendo avaliada para publicação por outra revista; caso contrário, justificar em "Comentários ao Editor".

Os arquivos para submissão estão em formato Microsoft Word, OpenOffice ou RTF (desde que não ultrapasse os 2MB)

O texto está em espaço duplo; usa uma fonte de 12-pontos; com figuras e tabelas inseridas no corpo do texto, e não em seu final.

O texto segue os padrões de estilo e requisitos bibliográficos descritos em Diretrizes para Autores, na seção Sobre a Revista.

Comprovante do registro do protocolo de pesquisa em seres humanos no SISNEP (Sistema Nacional de Informação sobre Ética em Pesquisa) ou documento equivalente, quando cabível. Para casos clínicos, cópia do termo de consentimento livre e esclarecido assinado pelo paciente ou responsável legal.

Declaração de Direito Autoral

A submissão dos originais à Revista da Faculdade de Odontologia da UPF implica transferência dos direitos autorais da publicação impressa e digital.