

Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN  
Sistema de Bibliotecas - SISBI  
Catalogação de Publicação na Fonte. UFRN - Biblioteca Central Zila Mamede

Paiva, Ana Karenina de Oliveira.

Tratamento de superfície por oxidação à plasma eletrolítico para viabilizar o uso de implantes biomédicos: da Telessaúde para o SUS / Ana Karenina de Oliveira Paiva. - 2018.

14 f.: il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Escola de Ciências e Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Ciência, Tecnologia e Inovação.

Orientador: Prof. Dr. Custódio Leolpodino de Brito Guerra Neto.

1. Implantes biomédicos - Dissertação. 2. Oxidação por plasma eletrolítico - Dissertação. 3. Telessaúde - Dissertação. 4. Titânio - Dissertação. 5. Tratamento de superfície - Dissertação. I. Guerra Neto, Custódio Leolpodino de Brito. II. Título.

RN/UF/BCZM

CDU 616.314-089.843

## TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE POR OXIDAÇÃO À PLASMA ELETROLÍTICO PARA VIABILIZAR O USO DE IMPLANTES BIOMÉDICOS: DA TELESSAÚDE PARA O SUS

### **Ana Karenina de Oliveira Paiva**

Bacharel em Ciências e Tecnologia com ênfase em Tecnologia dos Materiais (2014);  
Engenheira de Materiais (2016) pela Universidade Federal do Rio Grande do Norte  
(UFRN) e Mestranda em Mestrado Profissional em Ciências, Tecnologia e Inovação  
(MPInova/UFRN). [kareninapaiva@outlook.com](mailto:kareninapaiva@outlook.com)

### **Arlindo Balbino Nascimento Neto**

Graduado em Engenharia Mecânica (2011), Mestrado em Engenharia Mecânica (2014)  
pela Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN) e Doutorado em Engenharia  
Mecânica pela UFRN. [abnetoengmec@gmail.com](mailto:abnetoengmec@gmail.com)

### **Thercio Henrique de Carvalho Costa**

Graduado em Engenharia Têxtil (2003), Mestrado e Doutorado em Ciências e Engenharia  
de Materiais pela Universidade Federal do Rio Grande do Norte (2006). Professor adjunto  
da Universidade Federal do Rio Grande do Norte pelo Departamento de Engenharia  
Mecânica. [thercioc@ct.ufrn.br](mailto:thercioc@ct.ufrn.br)

### **Hélio Roberto Hékis**

Graduado em Ciências Contábeis (1981) pela Universidade Federal de Santa Catarina  
(UFSC), Mestrado em Administração (1999) pela Universidade do Estado de Santa  
Catarina (UDESC), Doutorado em Engenharia de Produção pela UFSC. Professor  
Associado do Departamento de Engenharia Biomédica da Universidade Federal do Rio  
Grande do Norte. [hekis1963@gmail.com](mailto:hekis1963@gmail.com)

### **Ricardo Alessandro de Medeiros Valentim**

Graduado em Bacharelado em Sistema de Informação (2004) pela Faculdade Natalense  
para o Desenvolvimento do RN (FARN), Mestrado e Doutorado em Engenharia Elétrica  
(2008) pela Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN). Professor Associado  
da UFRN no Departamento de Engenharia Biomédica. [ricardo.valentim@ufrnet.br](mailto:ricardo.valentim@ufrnet.br)

### **Custódio Leolpodino de Brito Guerra Neto**

Graduado em Odontologia (1987) pela Universidade Federal do Rio Grande do Norte  
(UFRN), Mestrado em Engenharia Mecânica (2001) e Doutorado em Ciência e Engenharia  
de Materiais (2005) pela UFRN. Professor Associado da UFRN do Departamento de  
Engenharia Biomédica. [custodioimplante@gmail.com](mailto:custodioimplante@gmail.com)

---

## RESUMO

Com base nos princípios constitucionais de integralidade e equidade, tornou-se necessário viabilizar a incorporação dos procedimentos ortodônticos e implante dentário pelo setor público de saúde. Um estudo realizado pelo Ministério da Saúde verificou a redução no componente cariado de 35%, a redução desse índice viabilizou a introdução desses implantes no Sistema Único de Saúde (SUS). Apesar da implementação para no máximo 6 implantes por paciente nos centros de especialidades odontológicas, o custo do tratamento superficial de implantes ainda é elevado e impacta no preço final para indústria. Com o objetivo de resolver esse problema, foi utilizado o método de tratamento de superfície de Oxidação por Plasma Eletrolítico (PEO). Tratou-se 18 cilindros de titânio grau II, com 3 mm de diâmetro e 25 mm de comprimento. O tempo de tratamento utilizado foi de 1, 8 e 16 minutos. A solução eletrolítica estava na temperatura ambiente e a tensão aplicada foi de 290 V. Após os tratamentos, as amostras foram caracterizadas por Fluorescência de Raios-

X (FRX), Microscopia Ótica (MO), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e por Espectroscopia de Raios-X e Energia Dispersiva (EDS). Em seguida foi feita Microscopia de Força Atômica (AFM) para caracterização da textura superficial. Identificou-se neste trabalho através das análises químicas pela Fluorescência de Raios-X a presença do  $TiO_2$  na superfície da amostra. Verificou-se no MEV que os revestimentos exibem uma característica porosa, apresentando uma interface bem aderida e sem presença de espaços vazios. Nas imagens do AFM observou-se que com o aumento do tempo de tratamento houve uma maior rugosidade e aumento da homogeneidade da distribuição dos cristais cerâmicos na superfície. Nos ensaios de molhabilidade apresentaram um ângulo de molhamento menor para as amostras com o tratamento por PEO com tempo de 1 e 8 minutos. Conclui-se que a técnica por Oxidação por Plasma Eletrolítico mostrou-se eficaz na deposição de um revestimento cerâmico, melhorando a qualidade da superfície reduzindo o custo do tratamento superficial, diminuindo o valor final do implante para implementação no SUS.

**PALAVRAS-CHAVE:** Implantes biomédicos, Oxidação por Plasma Eletrolítico, Telessaúde, Titânio, Tratamento de superfícies.

## **SURFACE TREATMENT BY PLASMA ELECTROLYTIC OXIDATION TO VIABILIZE THE USE OF BIOMEDICAL IMPLANTS: FROM TELESSAÚDE TO SUS**

### **ABSTRACT**

Based on the constitutional principles of integrality and equity, it became necessary to enable the incorporation of orthodontic procedures and dental implant by the public health sector. A study carried out by the Ministry of Health verified the reduction in the caries component of 35%, the reduction of this index made possible the introduction of these implants in the Unified Health System (Sistema Único de Saúde - SUS). Despite the implementation for a maximum of 6 implants per patient in dental specialty centers, the cost of surface treatment of implants is still high and impacts on the final price for the industry. In order to solve this problem, the surface treatment method of Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) was used. They were treated with 18 cylinders of grade II titanium, 3 mm in diameter and 25 mm in length. The treatment time was 1, 8 and 16 minutes. After the treatments, the samples were characterized by X-Ray Fluorescence (FRX), Optical Microscopy (OM), Scanning Electron Microscopy (SEM) and Spectroscopy of X-rays and Dispersive Energy (ESD). Afterwards, it was made Atomic Force Microscopy (AFM) to characterize the surface texture. The presence of  $TiO_2$  on the surface of the sample was identified by X-Ray Fluorescence in this work. It was verified in the SEM that the coatings exhibit a porous characteristic, presenting an interface well adhered and without presence of empty spaces. In the images of the AFM, it was observed that with the increase of the treatment time there was a greater roughness and increase of the homogeneity of the distribution of the ceramic crystals in the surface. In the wettability tests they presented a lower wetting angle for the samples with PEO treatment with time of 1 and 8 minutes. It is concluded that the Plasma Electrolytic Oxidation technique proved to be effective in the deposition of a ceramic coating, improving the quality of the surface reducing the cost of surface treatment, reducing the final value of the implant for implementation in the SUS.

**KEYWORDS:** Biomedical Implants, Plasma Electrolytic Oxidation, Telessaúde, Titanium, Surface Treatment.

## TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE POR OXIDAÇÃO À PLASMA ELETROLÍTICO PARA VIABILIZAR O USO DE IMPLANTES BIOMÉDICOS: DA TELESSAÚDE PARA O SUS

### INTRODUÇÃO

Os implantes biomédicos surgiram para solucionar diversos problemas na área da saúde, principalmente na reabilitação de pacientes, através de implantes odontomédicos, melhorando a qualidade de vida. De acordo com os princípios constitucionais de integralidade e equidade, tornou-se necessário viabilizar a incorporação dos procedimentos de implante dentário pelo setor público de saúde. Segundo a Portaria nº 718/SAS do Ministério da Saúde publicada pela Secretaria de Atenção à Saúde, verificou-se a redução no componente cariado de 35%. O declínio desse índice viabilizou a introdução desses implantes no Sistema Único de Saúde (SUS). Apesar da implementação para no máximo 6 (seis) implantes por paciente nos centros de especialidades odontológicas, o custo do tratamento superficial de implantes ainda é elevado e impacta no preço final para indústria.

É importante destacar que o Programa Telessaúde Brasil Redes tem o papel de fixação dos profissionais da saúde no seu município, através da capacitação, promovendo uma educação continuada. Assim, este estudo gerou conhecimento em Tratamentos de superfície em implantes biomédicos e poderá ser utilizado na Tele-educação através de cursos, ministrados por meio da utilização das tecnologias de informação e comunicação.

A aplicação de revestimentos sobre a superfície de metais, para melhorar propriedades como aparência, resistência ao desgaste e corrosão, aderência entre outras, é uma solução viável e bastante empregada (RAJ e MUBARAK, 2009). Os implantes odontomédicos se tornaram a melhor ferramenta para a reabilitação de pacientes desde a década de 70. Na odontologia esses implantes foram produzidos para seguir um rígido protocolo cirúrgico que permite o tratamento dos indivíduos com ausências totais ou parciais dos dentes, e continuam sendo utilizados até os dias de hoje. Embora a taxa de sucesso dos implantes dentais seja alta, ainda há ocorrências de falhas. A maioria dessas, ocorrem após a inserção dos implantes no primeiro ano. Atualmente tem-se buscado uma melhor e rápida osseointegração, visto que os implantes ficam em contato direto com o meio biológico (WISMEYER, WASS e VERMEEREN, 1995)

Para uma melhor osseointegração, muitas tecnologias têm sido desenvolvidas no sentido de potencializar as propriedades químicas, mecânicas e biológicas dessas superfícies, introduzindo uma reparação óssea rápida, guiada, possibilitando uma função duradoura (PULEO e NANCI, 1999).

Dentre os biomateriais utilizados, o titânio comercialmente puro (cpTi), as ligas de titânio com alumínio e vanádio (Ti-Al<sub>6</sub>-V<sub>4</sub>) se tornaram os materiais metálicos mais utilizados para a confecção de implantes dentais e ortopédicos, por inúmeras propriedades que estes metais apresentam. Pode-se citar a estabilidade química, biocompatibilidade, boas propriedades biomecânicas e formação de óxido superficial bioinerte, como características para a escolha de um biomaterial apropriado (PIRES, BIERHALZ e MORAES, 2015). No entanto, eles não formam uma ligação química extremamente satisfatória com o tecido ósseo. Para isso, os estudos tentam modificar e ainda melhorar suas propriedades de superfície e aumentar o grau de biocompatibilidade do implante em relação ao tecido ósseo, para promover uma melhor osseointegração (WISMEYER, WASS e VERMEEREN, 1995 e BECK, LANGE e NEUMANN, 2007).

Os implantes, uma vez em contato com o meio biológico, está submetido a várias mudanças dinâmicas no seu biolíquido e em suas propriedades superficiais, que desencadeiam uma sequência de reações que ocorre entre o meio biológico e o biomaterial.

Ocorre nesse momento a formação de um “filme de condicionamento” que modula as respostas celulares do hospedeiro. As primeiras moléculas a chegarem à superfície do titânio são as de água. Muitas pesquisas apontam que o processo de osseointegração acontece mais rapidamente com a texturização da superfície do implante, explicada por Kasemo em 2002, pelo aumento da molhabilidade da superfície pelo o líquido biológico e não somente a rugosidade, como se acreditava anteriormente. A molhabilidade superficial influencia proteínas, moléculas e células que chegam posteriormente à água (KASEMO, 2002 e SILVA et al, 2013).

O desenvolvimento da interface osso-implante é complexo e envolve numerosos fatores. Fatores relacionados ao implante como material e fatores relacionados com o meio biológico. Dentre eles podemos citar a forma, topografia e química de superfície, mas também a carga mecânica, técnica cirúrgica, e as variáveis do paciente como estado do leito receptor, quantidade e qualidade óssea (PULEO e NANJI, 1999 e BECKER et al, 2013).

Para ocorrer a formação de tecido ósseo é necessário que haja o recrutamento e a proliferação de células precursoras, que se diferenciarão em osteoblastos produzindo a matriz extracelular não mineralizada, que será subsequentemente, calcificada. Estes eventos são bastante influenciados por algumas propriedades da superfície dos implantes de Titânio. Essas propriedades são: a composição química, energia de superfície e a textura da superfície, uma combinação entre topografia e rugosidade (SCHWARTZ, Z. & BOYAN, 1994)

Uma das técnicas utilizadas hoje para acelerar a osseointegração é a tecnologia por plasma (DEHNAVI et al, 2013). Esse é descrito como um gás contendo espécies neutras e eletricamente carregadas como elétrons, íons positivos, íons negativos, átomos e moléculas produzidos através da aplicação de uma diferença de potencial entre dois eletrodos (ALVES JR et al, 2005 e DZHURINSKIY et al, 2015).

Para a obtenção de revestimentos que acelerem e melhorem a adesão tecido ósseo ao titânio, a oxidação por plasma eletrolítico (Plasma electrolytic oxidation - PEO) vem sendo empregada. O processo PEO utiliza um meio líquido (eletrólito) e a composição do revestimento pode ser controlada pelo ajuste da composição do eletrólito (SRINIVASAN, BLAWERT e DIETZEL, 2009).

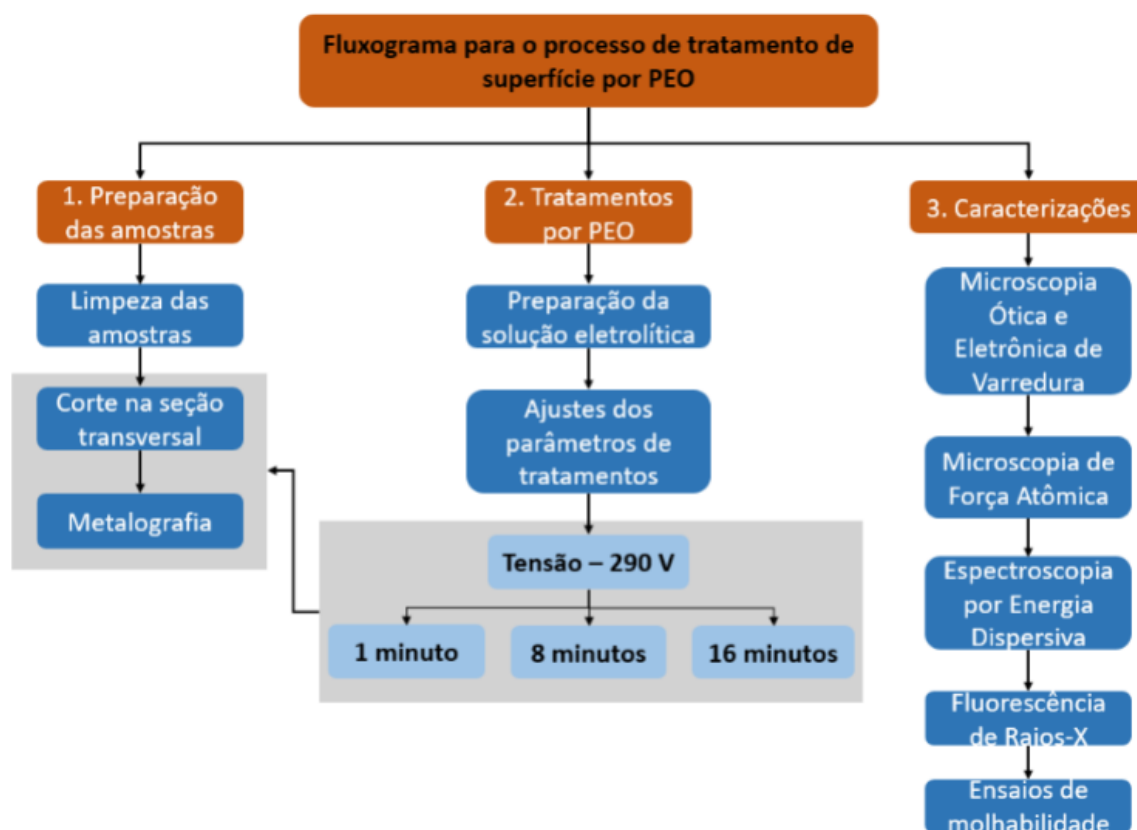
Hoje, os tratamentos superficiais representam para indústria um alto custo e impacta no preço final por implante fabricado. A redução desse custo viabilizará a introdução destes implantes no Sistema Único de Saúde (SUS), minimizando um problema nacional que são os desdentados.

Com o objetivo de resolver esse problema, foi utilizado o método de tratamento de superfície de Oxidação por Plasma Eletrolítico (PEO). Esse processo é baseado na geração de um gás ionizado, através de um processo eletroquímico, para deposição de camada cerâmica em Titânio. Como consequência dessa técnica espera-se uma melhoria na qualidade química e morfológica da superfície, potencializando a osseointegração e reduzir o custo do tratamento superficial, diminuindo o valor final do implante para implementação no SUS.

## **METODOLOGIA**

Foram utilizados nesse trabalho 18 cilindros de Titânio cp grau II, com 3 mm de diâmetro e 25 mm de comprimento, adquiridos junto a empresa Singular Implants, Parnamirim/RN. Até o tratamento superficial por Oxidação à Plasma Eletrolítico (PEO) as amostras foram submetidas a vários processos e caracterizadas posteriormente como

apresentado no Fluxograma abaixo (Figura 1), em 3 etapas: a primeira, a preparação das amostras, a segunda, os tratamentos por PEO e a terceira, as caracterizações das amostras.



**Figura 1 – Fluxograma com o processo para tratamento de superfície por Oxidação por Plasma Eletrolítica. Autoria própria (2018)**

## PROCESSO DE LIMPEZA DAS AMOSTRAS

Os cilindros de Titânio passaram pelo processo rígido de limpeza para eliminar impurezas na superfície que poderiam interferir no processo de oxidação. Através da solução diluída de ácidos fluorídrico (HF) e nítrico (HN), 5 ml de HF em 100 ml de água deionizada e 5 ml de HN O<sub>3</sub> em 100 ml de água destilada, com frações de volume de 10% e 40%, respectivamente, as amostras ficaram imersas durante 30 segundos para remover a camada de óxido e contaminantes da superfície (WANG et al, 2014). Após essa etapa as amostras foram limpas em ultrassom (Plana<sup>TC</sup> - CBU 100/3L) com acetona e água destilada durante 10 minutos, respectivamente. Em seguida foi feita a secagem das amostras com secador de ar quente comercial (Taiff Turbo 6000), garantindo a remoção de impurezas que possam contaminar a solução eletrolítica.

## PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO ELETROLÍTICA

Com as amostras secas, foram preparados 6 litros de solução eletrolítica nas seguintes proporções dos reagentes: 10 g/l de Fosfato de Sódio Tribásico P.A. (TSOP, Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> · 12H<sub>2</sub>O), 2 g/l de Hidróxido de potássio (KOH) em 1 litro de água destilada. Foram adicionados 3 g/l de Tris Hidroximetil Aminometano (C<sub>4</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>) ao eletrólito base como aditivo, para possibilitar um revestimento aderente e favorável a osseointegração (HARIPRASAD et al, 2016). As substâncias citadas foram pesadas em uma balança analítica (Quimis<sup>R</sup> Q-500L210C) e, posteriormente, as substâncias foram adicionadas em um béquer

de 600 ml e dissolvidas em 400 ml de água destilada. Em seguida, colocou-se a solução em um balão volumétrico de 1 litro, completando-se o volume com água destilada e misturando por 1 minuto. Para cada amostra tratada foi utilizado 600 ml de solução e, para garantir que as condições de igualdade de tratamento fossem mantidas, a solução eletrolítica foi trocada a cada experimento.

### OXIDAÇÃO POR PLASMA ELETROLÍTICO

A Figura 2 (a) representa o aparato experimental utilizado para tratar as amostras de Titânio. O equipamento possui três reatores de revestimento PEO, agitador magnético, sistema de recirculação do eletrólito, válvula de controle de vazão e termopar digital Tic 17RGTI (-50 à 105° C), como mostra a Figura 2 (b). As amostras de titânio e o tubo de aço inoxidável foram utilizados como ânodo e cátodo, respectivamente.



**Figura 2 – (a) Equipamento para tratamento por Oxidação por Plasma Eletrolítico (PEO) e (b) Reatores, sistema de controle de vazão e termopar. Autoria própria (2017).**

As amostras limpas foram colocadas nos reatores do equipamento PEO e imersas em um béquer de 600 ml com 400 ml de solução eletrolítica. Os tratamentos foram realizados nos tempos de 1, 8 e 16 min, submetidos à uma tensão de 290 V em corrente contínua (CC), escolhida por ser a melhor condição encontrada para este processo. Para cada tempo adotado nesse trabalho, foram realizados três posicionamentos (P1, P2 e P3) e, tratando 1, 2 ou 3 amostras aos mesmo tempo, respectivamente; desta forma, utilizando 18 amostras. Portanto, para os três tempos foram utilizadas 18 amostras. A tensão elétrica, corrente e temperatura da solução, foram monitoradas e registradas a cada minuto.

### PREPARAÇÃO METALOGRAFICA

Para análise de Microscopia Ótica e Microscopia Eletrônica de Varredura, as amostras após tratamento foram selecionadas para corte em seção transversal, a 4 mm da extremidade. Após esta etapa, foram embutidas à quente em baquelite, e lixadas com às lixas de carbetto de silício com granulometria 120, 220, 360, 600, 1000 e 1200 mesh, e por fim, polidas com sílica coloidal composta de 60 % de peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) e 40 % de sílica coloidal 0,06 µm. Após essa etapa as superfícies foram limpas com água e acetona e secadas por secador de ar quente comercial.

## CARACTERIZAÇÕES

As amostras foram submetidas as caracterizações de Microscopia Ótica (MO) de luz refletida para análise de espessura dos revestimentos através do software Image Pro Plus morfológica da superfície com 5 medidas de espessura de camada para cada amostra (WHEELER et al, 2010). Utilizou-se um microscópio óptico Olympus BX 60M - Japan acoplado a um software Image-Pro Plus versão 4.5.1.22 para o Windows (número serial 41N41000-29998) Copyright 1993- 2002 Media Cybernetics, Inc. A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), equipamento Shimadzu por elétrons secundários, foi utilizada para análises mais precisas de espessura, com 5 medidas para cada amostra. E acoplado ao MEV, foi realizada a análise de composição química dos filmes por Espectroscopia de Raios-X e Energia Dispersiva (EDS).

## ENSAIOS DE MOLHABILIDADE

As medidas de molhabilidade dos revestimentos após o tratamento foram realizadas por um goniômetro utilizando o software pinnacle do Laboratório de Processamento de Materiais por Plasma (LabPlasma) da UFRN. As amostras cilíndricas foram fixadas na horizontal. Foi utilizada uma micropipeta de volume fixo, posicionada perpendicular ao plano horizontal das amostras, depositando 5 µl de água destilada sobre a superfície em estudo (ALVES, JR et al, 2005). Os valores da molhabilidade correspondem à média aritmética de 3 medidas realizadas após 5 segundos para cada gota depositada na superfície.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

Após os tratamentos por Oxidação por Plasma Eletrolítica observou-se que o reator realizou revestimento em hastes de titânio com bom desempenho e não apresentou fugas de corrente em lugares indevidos. O equipamento mostrou-se eficaz na deposição de uma camada cerâmica. Foi possível o controle de todos os parâmetros de forma ergonômica, prática, segura e acompanhar as variantes do processo de oxidação. Obteve-se os resultados de tensão, corrente e temperatura da solução eletrolítica perante intervalos de tempo para cada amostra, apresentadas nas Tabelas 1, 2 e 3, para 1, 8 e 16 minutos respectivamente. Para 1 minuto de tratamento os intervalos em análise foram a cada 0,5 min; para 8 minutos foram em um intervalo de 1 min; e para 16 minutos de tratamento, o intervalo de análise foi de 2 min.

**Tabela 1 – Temperatura da solução eletrolítica, Tensão e Corrente variando a cada 30 segundos para tratamento de 1 minuto. Autoria própria (2017).**

Amostra com 1 minuto de tratamento	Tempo médio (min)	Temperatura (° C)	Tensão (V)	Corrente (A)
	0	19	240	0,60
	0,5	25	240	0,50
	1	26	280	0,40

**Tabela 2 – Temperatura da solução eletrolítica, Tensão e Corrente variando a cada 1 minuto para tratamento de 8 minutos. Autoria própria (2017).**

Amostra com 8 minutos de tratamento	Tempo médio (min)	Temperatura (° C)	Tensão (V)	Corrente (A)
	1	31	282	0,40
	2	34	285	0,27
	3	35	287	0,25



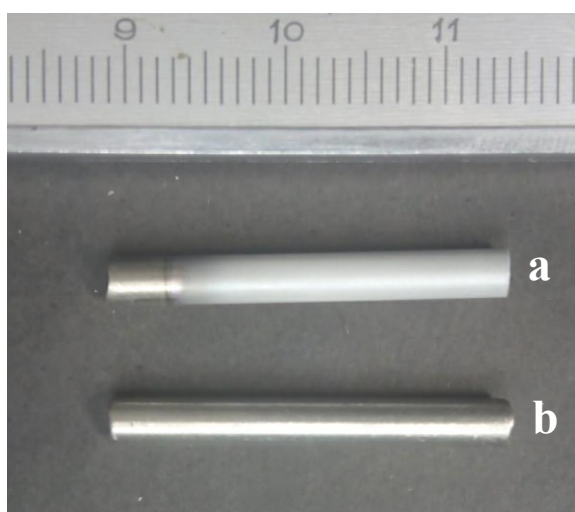
	4	36	287	0,20
	5	37	288	0,19
	6	37	288	0,15
	7	39	288	0,16
	8	39	288	0,17

**Tabela 3 – Temperatura da solução eletrolítica, Tensão e Corrente variando a cada 2 minutos para tratamento de 16 minutos. Autoria própria (2017).**

	Tempo médio (min)	Temperatura (° C)	Tensão (V)	Corrente (A)
<b>Amostra com 16 minutos de tratamento</b>	0	25	284	0,47
	2	30	287	0,30
	4	31	286	0,16
	6	32	286	0,14
	8	32	287	0,11
	10	32	287	0,09
	12	32	288	0,07
	14	32	288	0,09
	16	33	288	0,09

Observa-se que os resultados estão de acordo com a revisão teórica, onde ocorre a diminuição da corrente com o aumento do tempo de deposição, já que a camada cerâmica formada aumenta a resistência dielétrica, diminuindo a condução, promovendo descarga luminescente e formação do plasma, assim como mostra Parfenov et al, 2015.

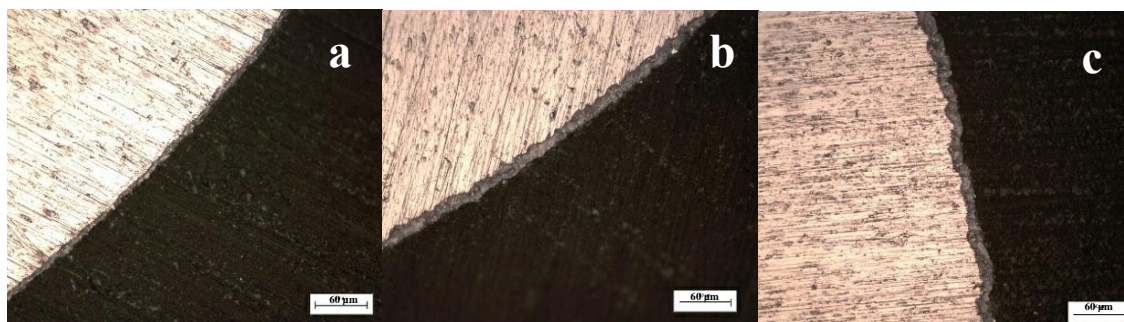
Em todos os tempos de tratamento ocorreram o revestimento cerâmico sobre a superfície do titânio. Durante o estágio de anodização geral, forma-se uma película de óxido porosa na superfície da liga de titânio assim como descrito por Gowthan et al, 2016. As amostras apresentaram revestimento homogêneos e semelhantes, como visto no exemplo de uma amostra com tratamento na Figura 3 (a) uma coloração branca e aparência fosca devido a deposição do óxido. Já a amostra sem tratamento, Figura 3 (b), apresenta-se lisa aspecto visual normal do titânio.



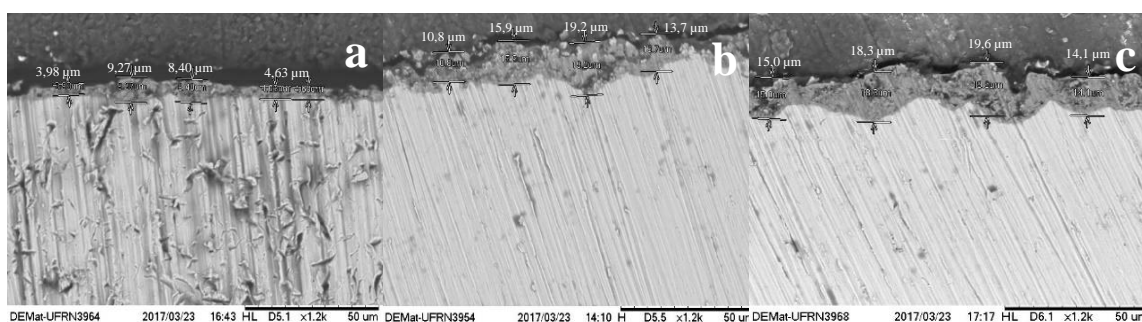
**Figura 3 – Hastes de Titânio com tratamento superficial por PEO (a) e sem tratamento (b). Autoria própria (2017).**

O processo por PEO provoca picos de temperatura que funde os materiais presentes no meio e que quando são arrefecidos de forma rápida pelo eletrólito, faz com que o óxido derretido se solidifique na superfície do substrato. Devido ao processo de fusão e solidificação repetidos, induzido pelas descargas, a temperatura permitiu à cristalização e transformações da fase do óxido de titânio ( $TiO_2$ ) de anatase para rutilo, descrito por Yeung et al, 2013. Também identificados neste trabalho através das análises químicas pela Fluorescência de Raios-X, o  $TiO_2$  além dos elementos dos compostos que constituem a solução eletrolítica (TSOP,  $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ ), (KOH),  $((HOCH_2)_3CNH_2)$ . Como análise complementar a Espectroscopia de Energia Dispersiva, apresentou os elementos presentes na solução e na camada depositada.

Através das análises de Micrografias por Microscópio Ótico e por Microscópio Eletrônico de Varredura (Figuras 4 e 5) pode-se observar a formação da camada cerâmica depositada com eletrólitos da solução eletrolítica. A deposição se deu para todas as amostras entre 1 e 8 minutos com espessura aproximada de 11  $\mu m$ , sendo que com tempo as acima de 8 minutos a espessura aproximada foi de 21  $\mu m$ . Não houve aumento significativo da espessura de camada quando o tempo fica acima de 8 minutos de tratamento, devido à alta resistência elétrica.



**Figura 4 – Micrografias por Microscópio Ótico com aumento de 500 x para: a – 1 minuto de tratamento; b – 8 minutos de tratamento; c – 16 minutos de tratamento. Autoria própria (2017).**

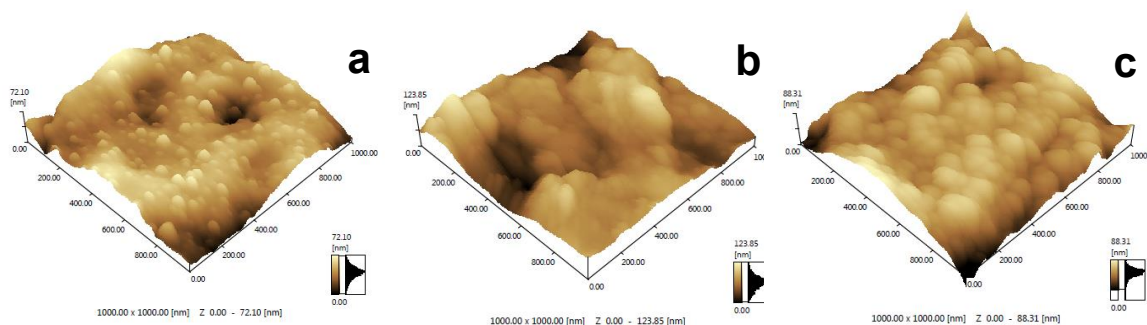


**Figura 5 - Micrografias por Microscópio Eletrônico de Varredura com aumento de 1200 x para: a – 1 minuto de tratamento; b – 8 minutos de tratamento; c – 16 minutos de tratamento. Autoria própria (2017).**

Todos os revestimentos exibem uma característica comum de um processo PEO, apresentando, uma estrutura porosa na camada externa, apresentando uma interface Titânio e camada de revestimento, bem aderida e sem presença de espaços vazios, o que propicia uma maior resistência ao desgaste da camada, assim como no estudo realizado por Hariprasad et al, 2016. Com a adição do Tris Hidroximetil Aminometano ( $C_4H_{11}NO_3$ ) foi

possível promover o aumento da condutividade do eletrólito e, que dessa forma, diminuiu a resistência dielétrica entre os polos e, conseqüentemente, aumentou-se a densidade das descargas para o mesmo valor de tensão fornecido que por sua vez favorece as descargas que resulta numa maior porosidade (BAYATI, MOSHFEGH e GOLESTANI-FARD, 2010).

As imagens de Microscopia de Força Atômica (Figura 6) apresentaram uma variação de rugosidade e textura pela deposição cerâmica, que viabiliza a propriedade de molhabilidade na superfície. Observa-se que com o aumento do tempo de tratamento houve uma maior rugosidade e aumento da homogeneidade da distribuição dos cristais cerâmicos na superfície.



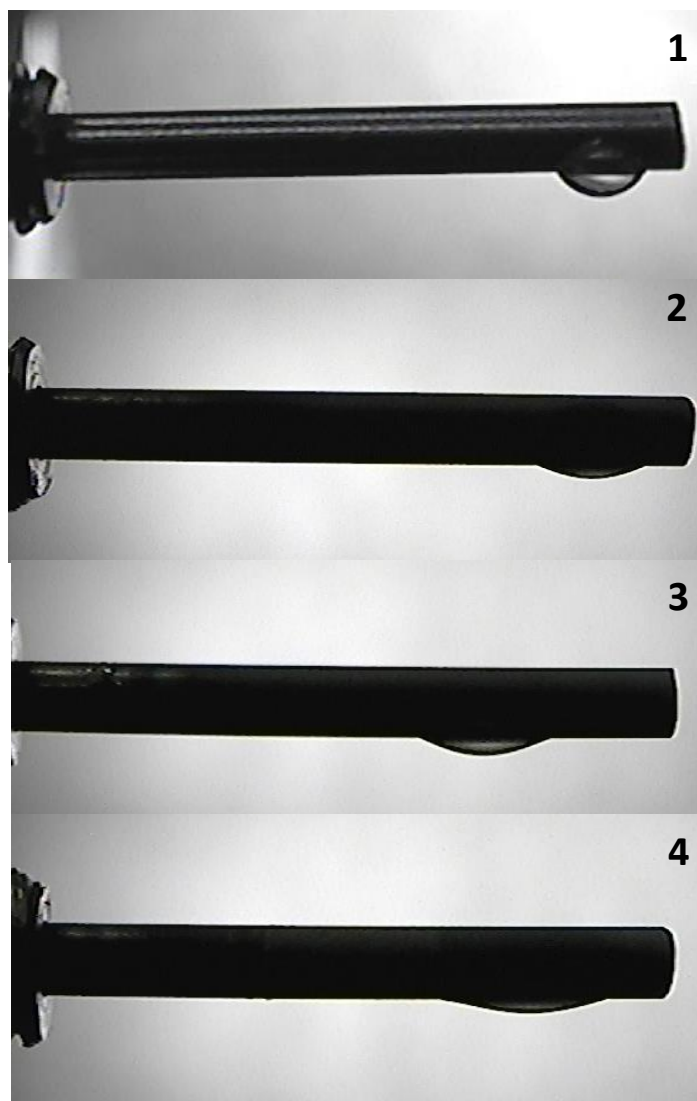
**Figura 6 - Micrografias por Microscópio de Força Atômica para: a – 1 minuto de tratamento; b – 8 minutos de tratamento; c – 16 minutos de tratamento. Autoria própria (2017).**

Bayati, Moshfegh e Golestani-Fard (2010) descreve que com o aumento da tensão elétrica no tratamento, um filme é formado em toda a superfície e simultaneamente novas camadas se desenvolvem de forma paralela, ocupando mais da superfície à medida que o tempo de tratamento aumenta. A deposição cerâmica (formação da camada de  $\text{TiO}_2$ ) e compostos orgânicos ocorreram de forma gradativa com o aumento do tempo, porém as descargas vão diminuindo acima de 8 minutos, pelo aumento da camada cerâmica, que por sua vez é mais isolante que a haste de Titânio. Observa-se nas imagens de AFM estas superfícies com grãos arredondados para este tipo de deposição, com uma morfologia propícia a formação de poros.

Os testes de molhabilidade apresentaram uma diminuição significativa do ângulo de molhamento para as amostras com o tratamento por PEO, mudança mais evidente nos tempos de 8 e 16 minutos de tratamento (Tabela 4 e Figura 7).

**Tabela 4 – Teste de molhabilidade para amostra sem tratamento e para 1, 8 e 16 minutos de tratamento por PEO. Autoria própria (2017).**

Nº	Amostra	Ângulo de molhamento (°)
1	Sem tratamento	42
2	Com 1 min de tratamento	30
3	Com 8 min de tratamento	12
4	Com 16 min de tratamento	9



**Figura 7 - Análise de molhabilidade de gota pendente: (1) – Sem tratamento; (2) – Tratamento por 1 min; (3) – Tratamento por 8 min; (4) – Tratamento por 16 min. Autoria própria (2017).**

Segundo os pesquisadores Gowtham, Arunnellaiappan e Rameshbabu (2016) uma superfície hidrofílica apresenta-se como um fator necessário para mostrar bioatividade favorável. Os ensaios de molhabilidade apresentaram resultados muito promissores em questão de boa molhabilidade para a superfície cerâmica depositada. Comparando com a literatura, o ângulo de molhamento, quanto mais próximo de 180 graus, mais molhável é a superfície, fator necessário para mostrar bioatividade favorável, e favorecendo a superfície para osseointegração. Observou-se que com o aumento do tempo de tratamento acima de 8 maior foi o ângulo de molhamento, podendo ser explicado pela grande presença de porosidade e rugosidade na superfície consequente do revestimento por PEO.

Wheeler et al, (2010) revelaram que revestimento de eletrólito contendo fosfato, apresenta um grau de porosidade em maior escala na sua superfície. Desta forma todas as condições realizadas obtiveram resultados de ângulos de contato maiores a amostra de referência (sem tratamento). Estes resultados indicam que os revestimentos PEO produzem superfícies hidrofílicas. Isso pode ser explicado pelo aumento da porosidade com o aumento do tempo de tratamento.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

Baseado no que exposto, é pertinente afirmar que a técnica por Oxidação por Plasma Eletrolítico mostrou-se eficaz na deposição de uma camada cerâmica na superfície da liga de titânio. Foi possível o controle de todos os parâmetros de forma ergonômica, prática, segura e acompanhar as variantes do processo de oxidação. Identificou-se através das análises químicas pela Fluorescência de Raios-X a presença do TiO<sub>2</sub> na superfície da amostra. Como análise complementar a Espectroscopia de Raios-X por Energia Dispersiva, apresentou os elementos presentes na solução e na camada depositada.

Através das análises por Microscópio Ótico e por Microscópio Eletrônico de Varredura pode-se observar uma deposição para todas as amostras para 1 minuto com espessura aproximada de 11 µm. E para os tempos de 8 e 16 minutos, observou-se uma espessura aproximada de 21 µm. Nas imagens de MEV os revestimentos exibem uma interface sugestiva de boa aderência sem presença de espaços vazios. As imagens de Microscopia de Força Atômica mostraram que com o aumento do tempo de tratamento de 1 para 8 minutos, houve uma maior rugosidade e aumento da homogeneidade da distribuição dos cristais cerâmicos na superfície. Os ensaios de molhabilidade apresentaram um ângulo de molhamento menor para as amostras com o tratamento por PEO para os tempos de 8 e 16 minutos.

Podemos concluir que a técnica por Oxidação por Plasma Eletrolítico mostrou-se eficaz na deposição de um revestimento cerâmico, melhorando a qualidade da superfície reduzindo o custo do tratamento superficial, diminuindo o valor final do implante para implementação no SUS.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVES JR, C.; GUERRA NETO, C. L. B.; MORAIS, G. H. S.; SILVA, C. F.; HAJEK, V. Nitriding of titanium disks and industrial dental implants using hollow cathode discharge. *Surface & Coatings Technology*, v. 194, p. 196-202, 2005.

BAYATI, M. R.; MOSHFEGH, A. Z.; GOLESTANI-FARD, F. Effect of electrical parameters on morphology, chemical composition, and photoactivity of the nano-porous titania layers synthesized by pulse-microarc oxidation. *Electrochimica Acta*, v. 55, n. 8, p. 2760–2766, 2010. ISSN 0013-4686.

BECK, U.; LANGE, R.; NEUMANN, H. G. Micro-plasma textured Ti implant surfaces. *Biomolecular Engineering*, v. 24, n. 1, p. 47–51, 2007. ISSN 1389-0344.

BECKER, W. et al. Survival rates and bone level changes around porous oxide coated implants (tiumite). *Clinical implant dentistry and related research*, Wiley Online Library, v. 15, n. 5, p. 654–660, 2013.

DEHNAVI, V. et al. Effect of duty cycle and applied current frequency on plasma electrolytic oxidation (PEO) coating growth behavior. *Surface and Coatings Technology*, v. 226, p. 100–107, 2013. ISSN 0257-8972

DZHURINSKIY, D. et al. Characterization and corrosion evaluation of TiO<sub>2</sub>:n-HA coatings on titanium alloy formed by plasma electrolytic oxidation. *Surface and Coatings Technology*, v. 269, n. Supplement C, p. 258–265, 2015.

GOWTHAM, S.; ARUNNELLAIPPAN, T.; RAMESHBABU, N. An Investigation on Pulsed DC Plasma Electrolytic Oxidation of cp-Ti and its Corrosion Behaviour in Simulated Body Fluid. *Surf. Coat. Technol.*, v. 301, p. 63–73, 2016.

HARIPRASAD, S. et al. Role of electrolyte additives on in-vitro corrosion behavior of DC plasma electrolytic oxidization coatings formed on Cp-Ti. *Surface and Coatings Technology*, v. 292, p. 20–29, 2016. ISSN 0257-8972.

KASEMO, B. *Surface Science*, vol. 500, p. 656, 2002.

MINISTÉRIO DA SAÚDE (BR). Portaria nº 718/SAS, de 20 de Dezembro de 2007. Nota Técnica/CGSB/DAB/SAS/MS: Nº 23/2017 da Secretaria de Atenção à Saúde. Informações sobre procedimentos de implantodontia no SUS. *Diário Oficial União*. 20 jun 2017.

PARFENOV, E. V. et al. Towards smart electrolytic plasma technologies: An overview of methodological approaches to process modelling. *Surface and Coatings Technology*, v. 269, n. Supplement C, p. 2–22, 2015. ISSN 0257-8972.

PIRES, A. L. R.; BIERHALZ, A. C. K.; MORAES, A. M.; Biomateriais: Tipos, aplicações e mercado. *Química Nova*, vol. 38, n. 7, p. 957-971, 2015.

PULEO, D.A.; NANCI, A.; Understanding and controlling the bone-implant interface. *Biomaterials*, v.20, n.23-24, p.2311-2321, 1999.

RAJ, V., MUBARAK ALI, M. Formation of ceramic alumina nanocomposite coatings on aluminium for enhanced corrosion resistance. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 209, p. 5341–5352, 2009.

SCHWARTZ, Z. & BOYAN, B.D. Underlying mechanisms at the bone-biomaterial interface. *J. Cell Biochem.*, v.56, n.3, p.340-347, 1994.

SILVA, M. A. M.; GUERRA NETO, C. L. B.; NUNES FILHO, A.; FREITAS, D. O.; BRAZ, D. C.; ALVES JR, C. Influence of topography on plasma treated titanium surface wettability. *Surface & Coatings Technology*, v. 235, p. 447-453, 2013.

SRINIVASAN P. B., BLAWERT C., DIETZEL W. Dry sliding wear behaviour of plasma electrolytic oxidation coated AZ91 cast magnesium alloy, *Wear*, v. 266, p.1241–1247, 2009.

WANG, Y. et al. Preparation and properties of plasma electrolytic oxidation coating on sandblasted pure titanium by a combination treatment. *Materials Science and Engineering: C*, v. 42, n. Supplement C, p. 657–664, 2014. ISSN 0928-4931

WHEELER, J. M. et al. Evaluation of micromechanical behaviour of plasma electrolytic oxidation (PEO) coatings on Ti–6Al–4V. *Surface and Coatings Technology*, v. 204, n. 21, p. 3399–3409, 2010.

WISMEYER, D.; van WASS, M.; VERMEEREN, J.I. Overdentures supported by ITI implants: A 6,5-year evaluation of patient satisfaction and prosthetic aftercare. *Int. J. Oral Maxillofac. Impl.*, v.10, n.6, p.744-749, 1995.

YEUNG, W. K. et al. In vitro biological response of plasma electrolytically oxidized and plasma-sprayed hydroxyapatite coatings on Ti–6Al–4V alloy. *Journal of*

Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials, v. 101B, n. 6, p. 939–949, 2013. ISSN 1552-4981.