

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA**

PAULA LIPARINI CAETANO

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA A CORROSÃO E DA
MICROESTRUTURA DE SUPERFÍCIE DE MINI-IMPLANTES
ORTODÔNTICOS UTILIZADOS**

JUIZ DE FORA

2017

PAULA LIPARINI CAETANO

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA A CORROSÃO E DA
MICROESTRUTURA DE SUPERFÍCIE DE MINI-IMPLANTES
ORTODÔNTICOS UTILIZADOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre. Área de concentração em Clínica Odontológica.

Orientador: Prof. Dr. Marcio José da Silva Campos

Co-orientador: Elison da Fonseca e Silva

Juiz de Fora

2017

*Dedico esta dissertação
aos meus pais, por me permitirem realizar esse sonho*

AGRADECIMENTOS

A Deus e a Nossa Senhora por me darem saúde e sabedoria para ultrapassar todos os obstáculos para que eu pudesse chegar até aqui.

A minha mãe, por ser minha maior incentivadora e meu esteio.

Ao meu pai, por todo seu esforço e confiança em mim.

Aos meus irmãos, pela convivência.

Ao meu namorado Diego, por compreender os momentos mais complicados e me apoiar com todo seu carinho.

A minha sogra Denise e meu sogro Oscarino, por abençoarem minha convivência com essa família maravilhosa.

Aos meus avos, em especial a minha vó Navir, pelas inúmeras orações.

Aos meus tios e primos que sempre confiaram no meu potencial e pela torcida incessante.

Ao professor Marcio Campos, meu orientador e meu mentor, pela orientação excepcional. Sou imensamente grata a tudo que aprendi com você desde sua co-orientação no meu trabalho de conclusão de curso, na minha iniciação científica, na orientação da monografia da Especialização de Ortodontia da UFJF até agora, na dissertação do mestrado. Você sempre será meu exemplo de competência e profissionalismo.

Ao professor Robert Vitral por ter aberto as portas da Ortodontia para mim há alguns anos atrás, me orientando no trabalho de conclusão de curso e na iniciação científica. Sou grata a todas as oportunidades que você me permitiu ter.

Ao estimado professor Elison F. e Silva por me co-orientar e pelo seu esforço de explicar tópicos de Engenharia e Química a uma cirurgiã-dentista. Sem você este trabalho não seria possível.

Aos técnicos André Guimarães e Felype N. de Mattos pela competência e bom senso.

Ao professor Luiz Cláudio Ribeiro por toda a orientação na parte de estatística e pelo carinho.

Ao professor Bruno Salles Sotto-Maior por aceitar participar das bancas de qualificação e defesa do meu mestrado.

Ao professor Antônio Márcio Resende do Carmo meu agradecimento.

As amigas de longa data, Bárbara Any, Isabela Any, Mariana Ferreira, Mariana Salzer, Pamella Valente e Taiana Rotondo. Ao amigo Júnior Dias, Leonardo Santos e as amigas que chegaram um pouco mais tarde, Ana Carolina Lopes, Carolina Vargas, Gisele Fófano e Jéssica Avelar, é um presente ter vocês na minha vida.

Aos colegas que fiz na Especialização de Ortodontia da UFJF, Carina Schmitberger, Gabriel Grunewald, Jéssica Avelar, Letícia Chaves e Marina Belini e aos queridos professores, Júlia Cristina de Andrade Vitral, Marcelo Fraga, Marco Gravina, Marcio Campos, Robert Vitral e Sergio Mota, por todo o aprendizado.

Aos colegas da 9ª Turma do Mestrado em Clínica Odontológica, em especial a Paula Lupatini.

A todos os funcionários e aos professores que passaram por mim na graduação e no Mestrado em Clínica Odontológica da UFJF, vocês tem o meu singelo respeito.

A secretária da Especialização de Ortodontia da UFJF Leandra, pela competência e carinho.

Aos secretários do Mestrado em Clínica Odontológica da UFJF Cláudio e Letícia, por serem brilhantes no que fazem.

A colega Thainara Souza por colaborar com minha pesquisa.

À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, em nome da Diretora Prof.^a Maria das Graças Afonso Miranda Chaves.

Ao laboratório de Pesquisa do Mestrado em Clínica Odontológica da UFJF, em nome do técnico Sr. Silvério.

Ao Instituto Federal do Sudeste de Minas Gerais - Campus Juiz de Fora e a todos seus funcionários.

A todos vocês, o meu sincero obrigado!

CAETANO, P. L. **Avaliação da resistência à corrosão e da microestrutura de superfície de mini-implantes ortodônticos utilizados.** Juiz de Fora (MG), 2017.43 f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica) - Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora.

RESUMO

Introdução: Os mini-implantes ortodônticos, como biomateriais, devem possuir, além de resistência mecânica, boa resistência à corrosão no meio fisiológico o qual estão inseridos. **Objetivo:** Avaliar a resistência à corrosão e a microestrutura de superfície de mini-implantes ortodônticos mantidos em seus sítios ósseos de inserção e removidos após sua utilização. **Material e métodos:** Foram avaliados vinte mini-implantes ortodônticos autoperfurantes de liga Ti6Al4V, divididos em 2 grupos de 10 unidades: grupo controle (como recebidos do fabricante) e grupo teste (que permaneceram estáveis em seus sítios ósseos de inserção e que foram removidos após sua utilização). Foi realizada a análise visual da superfície da rosca dos mini-implantes com microscópio eletrônico de varredura (MEV) e a avaliação da resistência à corrosão com o ensaio de polarização cíclica potenciodinâmica, onde foram determinados o OCP (potencial de circuito aberto), o tOCP (tempo de OCP), a i_{pp} (corrente de passivação primária) e a E_{pp} (potencial de passivação primário). **Resultados:** Não foi identificada diferença significativa entre os grupos para as variáveis estudadas, apesar de a comparação entre os valores de OCP ter tido um p-valor limite ($p=0,050$). As imagens de MEV da superfície de rosca dos mini-implantes do grupo controle e grupo teste obtidas demonstraram uma superfície polida e regular, sem presença de manchas ou partículas aderidas. Apenas um mini-implante do grupo controle apresentou em técnica auxiliar de espectrometria de energia dispersiva de raio-X (EDS) uma redução de 61% da concentração de titânio no interior da cavidade em relação à superfície do mini-implante), confirmando a imagem da microscopia eletrônica de varredura, a presença de um pite proveniente do processo de corrosão. **Conclusão:** A permanência média de 230 dias de mini-implantes ortodônticos fabricados com liga Ti6Al4V nos sítios ósseos de inserção não causou alterações significativas na resistência à corrosão e nas características superficiais destes dispositivos. **PALAVRAS-CHAVE:** Procedimentos de ancoragem ortodôntica; corrosão; ortodontia.

CAETANO, P. L. ***Evaluation of the corrosion resistance and surface microstructure of orthodontic mini-implants used.*** Juiz de Fora (MG), 2017.43 f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica) - Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora.

ABSTRACT

Introduction: *The orthodontic mini-implants as biomaterials, in addition to mechanical resistance, shall have good corrosion resistance in the physiological environment in which they are inserted.* **Objective:** *To assess the corrosion resistance and the surface microstructure of orthodontic mini-implants kept in their bone insertion sites and removed after use.* **Material and methods:** *Twenty orthodontic mini-screw-implants made from Ti6Al4V alloy were assessed; divided into 2 groups of 10 units: the control group (as-received from the manufacturer) and the test group (which remained stable in their bone insertion sites and that have been removed after use). The visual analysis of the thread surface of mini-implants was performed with a scanning electron microscope (SEM) and the evaluation of corrosion resistance with the cyclic potentiodynamic polarisation test through which the open circuit potential (OCP), the tOCP (timing of OCP), the primary passivation current (i_{pp}) and the primary passivation potential (E_{pp}) were determined.* **Results:** *It has not been identified any significant difference between the groups for the studied variables, although the comparison between the OCP values has had a p-limit value ($p = 0.050$). SEM images of the thread surface of the mini-implants obtained from both groups showed a regular polished surface without the presence of stains or adhered particles. Only one mini-implant from the control group showed a 61% reduction in the concentration of titanium within the cavity compared to the surface of the mini-implant through an auxiliary spectrometry technique of energy dispersive x-ray (EDX), confirming the scanning electron microscopic image that shows the presence of pit from the corrosion process.* **Conclusion:** *The average stay of 230 days of orthodontic mini-implants made from Ti6Al4V alloy at bone insertion sites did not cause significant changes either in corrosion resistance nor superficial characteristics of these devices.*

KEY WORDS: *Orthodontic Anchorage Procedures; Corrosion; Orthodontics.*

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Al	Alumínio
E	Potencial
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva de raio-X
E_p / E_{pite}	Potencial de pite
E_{pp}	Potencial de passivação primária
i	Corrente
i_{pp}	Corrente de passivação primária
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
mL	Mililitro
mm	Milímetro
mV/s	Milivolts por segundo
$\mu\text{A}/\text{cm}^2$	Microampére por centímetro quadrado
Ti	Titânio
Ti cp	Titânio comercialmente puro
Ti6Al4V	Titânio hexa-alumínio tetra-vanádio
TiO ₂	Dióxido de titânio
V	Vanádio
V	Volt
V/h	Volt por hora

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	11
2 PROPOSIÇÃO.....	13
3 MATERIAL E MÉTODOS.....	14
4 ARTIGO.....	18
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS	34
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	35
ANEXO	42

1 INTRODUÇÃO

A mecânica ortodôntica requer diferentes tipos de ancoragem dependendo da situação clínica e variam entre mínima, moderada e absoluta, dependendo de como o sistema estabiliza os dentes de apoio (VILLELA, 2004). Os mini-implantes de titânio (Ti) ganharam enorme popularidade na Ortodontia e são considerados como única fonte de ancoragem absoluta (REYNDERS et al., 2012; AKYALCIN et al., 2013; KNUTSON e BERZINS, 2013; NIENKEMPER et al., 2014; EL-WASSEFY et al., 2015).

Os mini-implantes ortodônticos apresentam vantagens significativas sobre os demais dispositivos de ancoragem que dependem da colaboração dos pacientes, já que são de uso simples, são minimamente invasivos e apresentam boa aceitação pelos pacientes (PRABHU e COUSLEY, 2006). Outro ponto relevante é o seu tamanho reduzido com conseqüente baixa limitação anatômica de inserção e mínimo comprometimento estético (CHIN et al., 2007).

As conformações dos mini-implantes ortodônticos foram obtidas a partir da redução do tamanho do implante dentário convencional. Os mini-implantes ortodônticos têm demonstrado mais falhas clínicas que implantes dentários convencionais submetidos a cargas ortodônticos (HUJA et al., 2005; SERRA et al., 2013), sendo as fraturas uma das falhas que podem ocorrer (MIYAWAKI et al., 2003). A fim de superar a incidência de fraturas, o titânio comercialmente puro (Ti cp) foi gradualmente substituído pela liga Ti6Al4V (titânio hexa-alumínio tetra-vanádio), devido às suas propriedades mecânicas (SERRA et al., 2013), o que reduziu a incidência de fraturas (SERRA et al., 2008). Por outro lado, não foi encontrada evidência de melhoria nas falhas dos mini-implantes, o que pode ser justificado pelo fato que a liga pode aumentar a liberação de íons metálicos para o corpo humano, devido à sua menor resistência à corrosão em comparação ao Ti (cp) em fluidos corporais (ZAFFE et al., 2003; TIAN et al., 2005; MARASSI et al., 2006).

O titânio é um material bastante reativo, com alta afinidade pelo oxigênio e que apresenta apreciável resistência à corrosão em virtude da formação de uma camada protetora estável em sua superfície (BAUER, 2007; MANHABOSCO, 2009). Geralmente, a corrosão é observada quando esta camada protetora se decompõe localmente, e uma rápida dissolução do metal subjacente ocorre sob a forma de corrosão por pites (PATIL et al., 2015).

Na liga de Ti6Al4V a camada protetora de óxido superficial é composta principalmente por dióxido de titânio (TiO_2) com pequenas quantidades de Al_2O_3 , grupos hidroxílicos e água, sendo formada quando o objeto entra em contato com um meio rico em oxigênio (HANAWA, 2004). Essa camada de óxido superficial é menos estável do que a do Ti cp porque o Al e V desestabilizam quimicamente a liga, tornando-a mais vulnerável à corrosão (GOLDBERG e GILBERT, 2004). Como o V não está presente na camada de óxido superficial de Ti6Al4V, o Ti e o Al são os íons metálicos mais susceptíveis de serem liberados a partir da superfície de Ti6Al4V (HANAWA, 2004; SALDAÑA et al., 2006).

A corrosão localizada, também chamada por pite, apresenta-se em pequenas áreas na superfície metálica, na forma de cavidades com o fundo em forma angulosa e profundidade geralmente maior do que o seu diâmetro, variando de alguns micrômetros até alguns milímetros (GENTIL, 2007). A forma da cavidade é frequentemente responsável pelo seu crescimento contínuo, permitindo que se alastre em profundidade (DALVI, 2014).

A corrosão é a liberação de íons de certo material que se dá quando ocorre passagem de corrente elétrica no meio em que este se encontra. Quando ocorre a corrosão de biomateriais metálicos, há a perda de substância desse material, com conseqüente enfraquecimento da estrutura e diminuição da vida útil, sendo o produto da corrosão absorvido pelos tecidos podendo resultar em efeitos indesejáveis (OLMEDO et al., 2009), como citotoxicidade, genotoxicidade, carcinogenicidade e efeitos alergênicos (MORAIS et al., 2007; NOOROLLAHIAN et al., 2012). Caso o óxido de titânio seja solúvel em um dado meio, o emprego desse metal se torna inadmissível (SILVA e OLIVEIRA, 2011).

2 PROPOSIÇÃO

Objetivo geral:

- Avaliar a resistência à corrosão e a microestrutura de superfície de mini-implantes ortodônticos novos e mantidos em seus sítios ósseos de inserção e removidos após sua utilização.

Objetivos específicos:

- Avaliar a resistência à corrosão de mini-implantes novos e removidos após o uso através de ensaios eletroquímicos de polarização cíclica potenciodinâmica;
- Analisar a superfície da rosca dos mini-implantes ortodônticos através do microscópio eletrônico de varredura (MEV), a fim de identificar alterações superficiais, como a corrosão por pite;
- Avaliar o efeito do tempo de permanência dos mini-implantes em seus sítios de inserção no que se refere à resistência à corrosão (através de ensaios eletroquímicos de polarização cíclica potenciodinâmica) e no que se refere à análise da superfície de rosca (através do MEV).

3 MATERIAL E MÉTODOS

A amostra foi composta de vinte mini-implantes ortodônticos autoperfurantes (99516199, Conexão, Arujá, Brasil) com 6 mm de comprimento e diâmetro de 1,5 mm, fabricados com a liga Ti6Al4V (titânio hexa-alumínio tetra-vanádio), todos pertencentes ao mesmo lote de fabricação. Os mini-implantes foram divididos em 2 grupos de 10 unidades:

- grupo 1: mini-implantes na sua forma original, como são recebidos do fabricante;
- grupo 2: mini-implantes que permaneceram estáveis em seus sítios ósseos de inserção e foram removidos de pacientes ortodônticos após sua utilização.

Os mini-implantes do grupo 2 foram utilizados em mecânicas ortodônticas diversas e permaneceram inseridos por um tempo médio de 230 dias (7,66 meses). Os procedimentos de inserção e remoção dos mini-implantes foram realizados manualmente pelo mesmo operador, habilitado e treinado.

Este estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética da Universidade Federal de Juiz de Fora (parecer número: 1.129.481) – Anexo.

Após a remoção, os mini-implantes foram acondicionados em recipientes individuais de vidro e limpos em cuba ultrassônica (LS-0,8D LimpSonic, São Paulo, Brasil) com detergente enzimático por 30 minutos e com acetona durante 30 minutos para remoção de material orgânico e resíduos oleosos da superfície. Após a limpeza, os mini-implantes foram acondicionados em embalagens individuais de vidro e armazenados em dessecador, a fim de controlar a umidade do microambiente e estabilizar o processo de corrosão.

Para a avaliação da resistência à corrosão, todos os mini-implantes foram submetidos a ensaio de polarização cíclica potenciodinâmica em potenciostato PGSTAT 204N (Metrohm Autolab BV, Utrecht, Netherlands) controlado pelo NOVA 2.0 (Metrohm Autolab BV, Utrecht, Netherlands).

Para o ensaio de polarização, foi utilizado o esquema de três eletrodos imersos em uma solução de trabalho. O eletrodo de trabalho foi formado pelo mini-implante acoplado a um fio de cobre de ponta laminada com espessura de 1 mm adaptado na cabeça do mini-implante. Para padronização da área do eletrodo de trabalho exposto a solução de trabalho foi desenvolvido um modelo em negativo do mini-implante em silicóna de adição (Zhermack, Itália) onde foi inserido o corpo do

mini-implante (região de rosca de 6 mm), deixando livre somente a cabeça do mini-implante unido ao fio de cobre, que foram isolados com adesivo termoplástico à base de resina e borracha (figura 1). Foi utilizado como contra-eletródo um eletródo de platina de grande área que atuou como um catodo recebendo os elétrons liberados pelo mini-implante. Um terceiro eletródo de Ag/AgCl atuou como eletródo de referência. A manutenção da distância entre os eletrodos na célula eletroquímica foi padronizada em todos os experimentos.

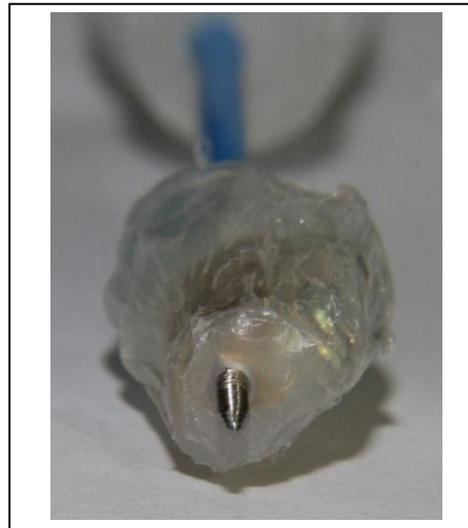


Figura 1 – Eletródo de trabalho

Fonte: Autoria própria.

Os eletrodos foram imersos em 50 mL de solução de ringer lactato (trocada a cada experimento) mantido a $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ por um sistema de serpentina de cobre onde circulava a água aquecida (Banho Ultratermostático SL 152, Solab, Piracicaba, Brasil) (figura 2). Cada 100 mL de ringer-lactato era constituído de 0,3g de lactato de sódio, 0,6g de cloreto de sódio, 0,03 g de cloreto de potássio e 0,02 g de cloreto de cálcio, sendo utilizado devido às suas características eletroquímicas e por ser isotônico ao plasma sanguíneo.

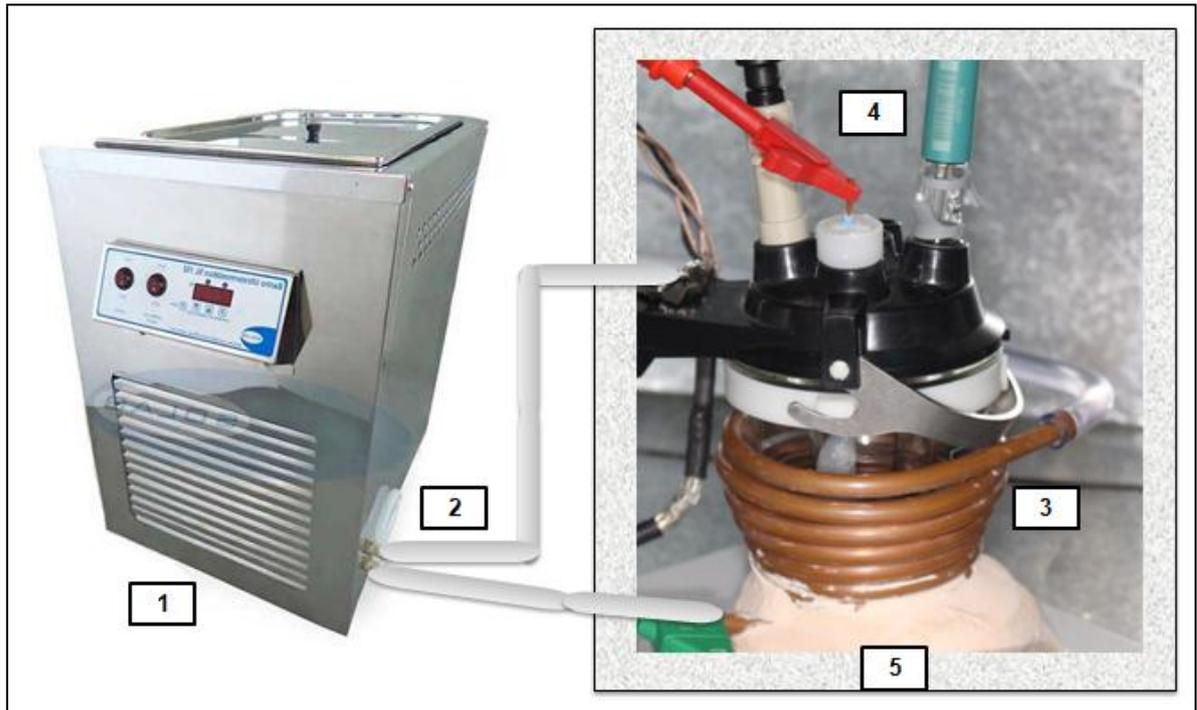


Figura 2 – Esquemática do sistema de aquecimento da célula eletroquímica

1: Banho Ultratermostático. 2: mangueiras de circulação da água; 3: serpentina de cobre; 4: célula eletroquímica; 5: gaiola de Faraday

Fonte: A autoria própria.

Previamente ao experimento, os eletrodos foram mantidos na solução para que o equilíbrio eletroquímico fosse atingido e o valor do potencial de circuito aberto (OCP) definido. O tempo que cada mini-implante levou para atingir este equilíbrio foi descrito como tOCP. O ensaio de polarização foi iniciado a partir do valor de OCP, aumentando a uma taxa de 0,33 mV/s (1,2 V/h) e como potencial final estipulado em 1,4V acima do OCP.

Com o ensaio de polarização, foram obtidas medidas referentes ao OCP, i_{pp} (corrente de passivação primária - ponto final de corrente no trecho de passivação) e E_{pp} (potencial de passivação primário - ponto final de potencial no trecho de passivação).

Todo o experimento foi realizado no interior de uma gaiola de Faraday, com o objetivo de isolar o sistema das ondas eletromagnéticas externas, evitando interferências e possibilitando um resultado mais fidedigno. Após o ensaio de polarização, os procedimentos de limpeza e armazenamento dos mini-implantes foram realizados.

A avaliação da microestrutura da superfície do mini-implante foi realizada visualmente através de um microscópio eletrônico de varredura em aumento de 100 a 500 vezes (LEICA/LEO Stereoscan S440 - EMU, Rondebosch, África do Sul), equipado com detector de elétrons retro-espalhados e elétrons secundários. Na presença de alguma imagem sugestiva de pite, foi realizada a espectrometria de energia dispersiva de raio-X (EDS), que proporciona a caracterização química do material estudado.

4 ARTIGO

Resistência à corrosão e caracterização da superfície de mini-implantes removidos de pacientes ortodônticos

Autores: Paula Liparini Caetano; Elison da Fonseca e Silva; Robert Willer Farinazzo Vitral; Marcio José da Silva Campos.

RESUMO

Introdução: Os mini-implantes ortodônticos, como biomateriais, devem possuir, além de resistência mecânica, boa resistência à corrosão no meio fisiológico o qual estão inseridos. **Objetivo:** Avaliar a resistência à corrosão e a microestrutura de superfície de mini-implantes ortodônticos mantidos em seus sítios ósseos de inserção e removidos após sua utilização. **Material e métodos:** Foram avaliados vinte mini-implantes ortodônticos autoperfurantes de liga Ti6Al4V, divididos em 2 grupos de 10 unidades: grupo controle (como recebidos do fabricante) e grupo teste (que permaneceram estáveis em seus sítios ósseos de inserção e que foram removidos após sua utilização). Foi realizada a análise visual da superfície da rosca dos mini-implantes com microscópio eletrônico de varredura (MEV) e a avaliação da resistência à corrosão com o ensaio de polarização cíclica potenciodinâmica, onde foram determinados o OCP (potencial de circuito aberto), o tOCP (tempo de OCP), a i_{pp} (corrente de passivação primária) e a E_{pp} (potencial de passivação primário). **Resultados:** Não foi identificada diferença significativa entre os grupos para as variáveis estudadas, apesar de a comparação entre os valores de OCP ter tido um p-valor limite ($p=0,050$). As imagens de MEV da superfície de rosca dos mini-implantes do grupo controle e grupo teste obtidas demonstraram uma superfície polida e regular, sem presença de manchas ou partículas aderidas. Apenas um mini-implante do grupo controle apresentou em técnica auxiliar de espectrometria de energia dispersiva de raio-X (EDS) uma redução de 61% da concentração de titânio no interior da cavidade em relação à superfície do mini-implante), confirmando a imagem da microscopia eletrônica de varredura, a presença de um pite proveniente do processo de corrosão. **Conclusão:** A permanência média de 230 dias de mini-

implantes ortodônticos fabricados com liga Ti6Al4V nos sítios ósseos de inserção não causou alterações significativas na resistência à corrosão e nas características superficiais destes dispositivos.

INTRODUÇÃO

A ancoragem ortodôntica pode ser definida como a resistência a um movimento dentário indesejado a fim de maximizar os movimentos desejados (GUIRE et al., 2006). Nesse sentido, os mini-implantes surgiram como uma alternativa para o controle da ancoragem (GUIRE et al., 2006), permitindo que os dentes sejam movidos nos três planos do espaço com movimentos indesejados reduzidos (PARK et al., 2006; CHUNG et al., 2010).

O titânio comercialmente puro (Ti cp), a liga Ti6Al4V (titânio hexa-alumínio tetra-vanádio) e aço inoxidável cirúrgico vêm sendo utilizados como matéria prima de alguns biomateriais, assim como no caso de mini-implantes ortodônticos (ELIADES et al., 2009; LICAUSI et al., 2013; FAVERANI et al., 2014; LIEBLICH et al., 2015). Estudos compararam esses materiais e concluíram que a liga Ti6Al4V oferece vantagens sobre o aço inoxidável cirúrgico devido sua biocompatibilidade aprimorada, elevada ação bacteriostática e elevada resistência a corrosão, esta última atribuída a formação de uma camada protetora formada de dióxido de titânio (TiO₂) (PRABHU e COUSLEY, 2006; GUÉHENNEC et al., 2007; ALSAMAK et al., 2012; LICAUSI et al., 2013). Em comparação com o Ti cp, a liga Ti6Al4V apresenta vantagem relacionada à maior resistência mecânica, porém menor resistência a corrosão (PRABHU e COUSLEY, 2006; GUÉHENNEC et al., 2007; ALSAMAK et al., 2012; LICAUSI et al., 2013).

De uma maneira em geral, os biomateriais devem apresentar algumas características específicas para serem empregados no organismo humano, como biocompatibilidade e resistência à corrosão (BAGATIN et al., 2011), sendo essencial o conhecimento do tipo e quantidade de substâncias liberadas pelo material e reação dos tecidos orgânicos (KAO et al., 2007; HOLST et al., 2012; IJMA et al., 2012). A inserção de dispositivos no corpo humano pode causar efeitos adversos aos tecidos devido à liberação de íons metálicos oriundos da corrosão do material (COSTA et al., 2007; KAO et al., 2007; BAGATIN et al., 2011; HOLST et al., 2012). Os mini-implantes ortodônticos devem possuir, além de resistência mecânica específica, uma resistência à corrosão no meio fisiológico o qual estão inseridos

(GIL et al., 2012; IIJMA et al., 2012), sendo um dos principais pontos a serem investigados na determinação da biocompatibilidade desses dispositivos (IIJMA et al., 2012).

O objetivo do presente trabalho foi avaliar a resistência à corrosão e a microestrutura de superfície de mini-implantes ortodônticos mantidos em seus sítios ósseos de inserção e removidos após sua utilização.

MATERIAL E MÉTODOS

A amostra foi composta de vinte mini-implantes ortodônticos autoperfurantes com 6 mm de comprimento e diâmetro de 1,5 mm, fabricados com a liga Ti6Al4V (titânio hexa-alumínio tetra-vanádio), todos pertencentes ao mesmo lote de fabricação. Os mini-implantes foram divididos em 2 grupos de 10 unidades:

- grupo 1: mini-implantes na sua forma original, como são recebidos do fabricante;
- grupo 2: mini-implantes que permaneceram estáveis em seus sítios ósseos de inserção e foram removidos de pacientes ortodônticos após sua utilização.

Os mini-implantes do grupo 2 foram utilizados em mecânicas ortodônticas diversas e permaneceram inseridos por um tempo médio de 230 dias (7,66 meses). Os procedimentos de inserção e remoção dos mini-implantes foram realizados manualmente pelo mesmo operador, habilitado e treinado.

Este estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética da Universidade Federal de Juiz de Fora (parecer número: 1.129.481).

Após a remoção, os mini-implantes foram acondicionados em recipientes individuais de vidro e limpos em cuba ultrassônica (LS-0,8D LimpSonic, São Paulo, Brasil) com detergente enzimático por 30 minutos e com acetona durante 30 minutos para remoção de material orgânico e resíduos oleosos da superfície. Após a limpeza, os mini-implantes foram acondicionados em embalagens individuais de vidro e armazenados em dessecador, a fim de controlar a umidade do microambiente e estabilizar o processo de corrosão.

Para a avaliação da resistência à corrosão, todos os mini-implantes foram submetidos a ensaio de polarização cíclica potenciodinâmica em potenciostato PGSTAT 204N (Metrohm Autolab BV, Utrecht, Netherlands) controlado pelo NOVA 2.0 (Metrohm Autolab BV, Utrecht, Netherlands). A resistência à corrosão dos mini-

implantes foi determinada pelo potencial de formação de pite, identificado na curva de polarização anódica.

Para o ensaio de polarização, foi utilizado o esquema de três eletrodos imersos em uma solução de trabalho. O eletrodo de trabalho foi formado pelo mini-implante acoplado a um fio de cobre de ponta laminada com espessura de 1 mm adaptado na cabeça do mini-implante. Para padronização da área do eletrodo de trabalho exposto a solução de trabalho foi desenvolvido um modelo em negativo do mini-implante em silicona de adição (Zhermack, Itália) onde foi inserido o corpo do mini-implante (região de rosca de 6 mm), deixando livre somente a cabeça do mini-implante unido ao fio de cobre, que foram isolados com adesivo termoplástico à base de resina e borracha. Foi utilizado como contra-eletrodo um eletrodo de platina de grande área que atuou como um catodo recebendo os elétrons liberados pelo mini-implante. Um terceiro eletrodo de Ag/AgCl atuou como eletrodo de referência. A manutenção da distância entre os eletrodos na célula eletroquímica foi padronizada em todos os experimentos.

Os eletrodos foram imersos em 50 mL de solução de ringer lactato (trocada a cada experimento) mantido a $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ por um sistema de serpentina de cobre onde circulava a água aquecida (Banho Ultratermostático SL 152, Solab, Piracicaba, Brasil). Cada 100 mL de ringer-lactato era constituído de 0,3g de lactato de sódio, 0,6g de cloreto de sódio, 0,03 g de cloreto de potássio e 0,02 g de cloreto de cálcio, sendo utilizado devido às suas características eletroquímicas e por ser isotônico ao plasma sanguíneo.

Previamente ao experimento, os eletrodos foram mantidos na solução para que o equilíbrio eletroquímico fosse atingido e o valor do potencial de circuito aberto (OCP) definido. O tempo que cada mini-implante levou para atingir este equilíbrio foi descrito como tOCP. O ensaio de polarização foi iniciado a partir do valor de OCP, aumentando a uma taxa de 0,33 mV/s (1,2 V/h) e como potencial final estipulado em 1,4V acima do OCP.

Com o ensaio de polarização, foram obtidas medidas referentes ao OCP, i_{pp} (corrente de passivação primária - ponto final de corrente no trecho de passivação) e E_{pp} (potencial de passivação primário - ponto final de potencial no trecho de passivação).

Todo o experimento foi realizado no interior de uma gaiola de Faraday, com o objetivo de isolar o sistema das ondas eletromagnéticas externas, evitando interferências e possibilitando um resultado mais fidedigno. Após o ensaio de polarização, os procedimentos de limpeza e armazenamento dos mini-implantes foram realizados.

A avaliação da microestrutura da superfície do mini-implante foi realizada visualmente através de um microscópio eletrônico de varredura em aumento de 100 a 500 vezes (LEICA/LEO Stereoscan S440 - EMU, Rondebosch, África do Sul), equipado com detector de elétrons retro-espalhados e elétrons secundários. Na presença de alguma imagem sugestiva de pite, foi realizada a espectrometria de energia dispersiva de raio-X (EDS), que proporciona a caracterização química do material estudado.

Análise estatística

O padrão de distribuição dos valores de tOCP, OCP, i_{pp} e E_{pp} foi avaliado pelo teste de *Shapiro-Wilk*. A comparação entre os dois grupos (1 e 2) foi realizada com o teste *t de Student* para amostras independentes. A análise estatística utilizou um nível de significância de $\alpha = 0,05$ e os dados foram processados com o *software SPSS Statistics 20.0.0* (SPSS, Chicago, IL, EUA).

RESULTADOS

Ensaio de polarização

As variáveis tOCP, OCP, E_{pp} e i_{pp} apresentaram distribuição normal em ambos os grupos (Tabela 1) indicando o uso de testes paramétricos.

Tabela 1 – Testes de normalidade de *Shapiro-Wilk* para as variáveis avaliadas.

	GRUPO 1	GRUPO 2
tOCP	0,235	0,911
OCP	0,968	0,136
E_{pp}	0,060	0,770
i_{pp} (100 MIL)	0,377	0,086

OCP - potencial de circuito aberto, E_{pp} - potencial de passivação primária, i_{pp} - corrente de passivação primária.

Dados descritivos referentes às variáveis tOCP, OCP, E_{pp} e i_{pp} dos mini-implantes dos grupos 1 e 2 são apresentados na Tabela 2. Não foi identificada diferença significativa entre os grupos para as variáveis estudadas, apesar de a comparação entre os valores de OCP ter tido um p-valor limite ($p=0,050$).

Tabela 2 – Média e desvio padrão das variáveis as tOCP, OCP, E_{pp} e i_{pp} dos grupos 1 e 2

	GRUPO 1		GRUPO 2		p-valor*
	MEDIA	DP	MEDIA	DP	
tOCP (s)	642,704	200,940	654,932	251,480	0,202
OCP (V)	-0,307	0,310	-0,541	0,165	0,050
E_{pp} (V)	1,008	0,169	0,931	0,174	0,327
i_{pp} ($\mu A/cm^2$)	36,126	32,107	49,008	25,259	0,332

OCP - potencial de circuito aberto; E_{pp} - potencial de passivação primária; i_{pp} - corrente de passivação primária; * teste t para amostras independentes.

O poder da significância estatística foi de 0,699, o que corresponde a uma chance de 70% de ser obter um efeito real. O poder estatístico foi calculado com base na variável E_{pp} , onde, hipoteticamente se esperava a maior diferença entre os grupos caso os mini-implantes removidos de pacientes apresentassem menor resistência à corrosão.

De uma maneira geral, as curvas de polarização obtidas para os mini-implantes dos grupos 1 (Figura 1) e 2 (Figura 2) não apresentaram indicativos de corrosão por pite. A única exceção foi o mini-implante número 3 do grupo 1 (Figura 3) que apresentou um aumento repentino de corrente medida no potencial de 0,80V, caracterizado pelo platô horizontal no gráfico, sugerindo um processo de corrosão por pite.

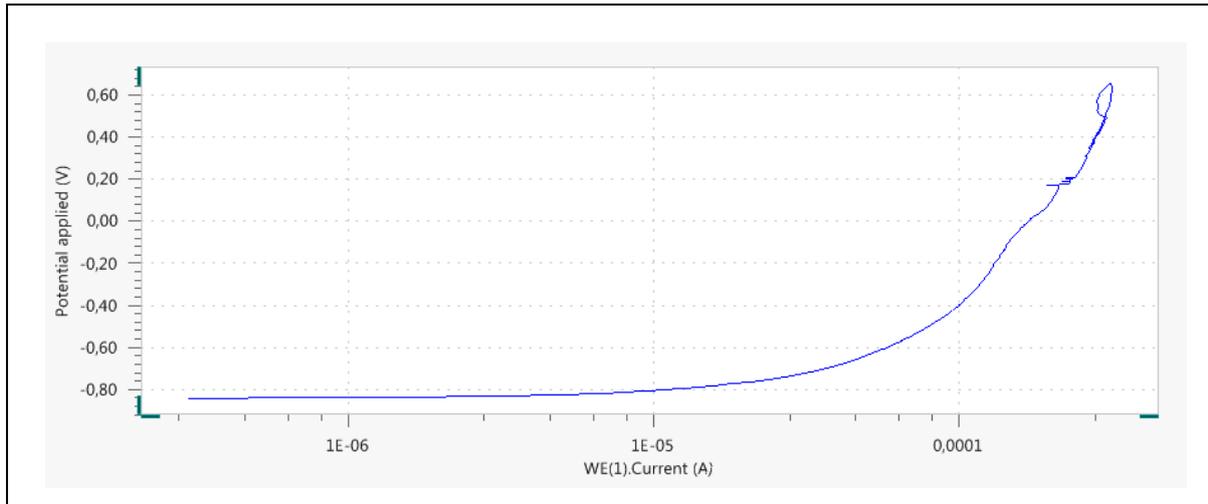


Figura 1 – Curva de polarização obtida com o ensaio de polarização do mini-implante do grupo 1

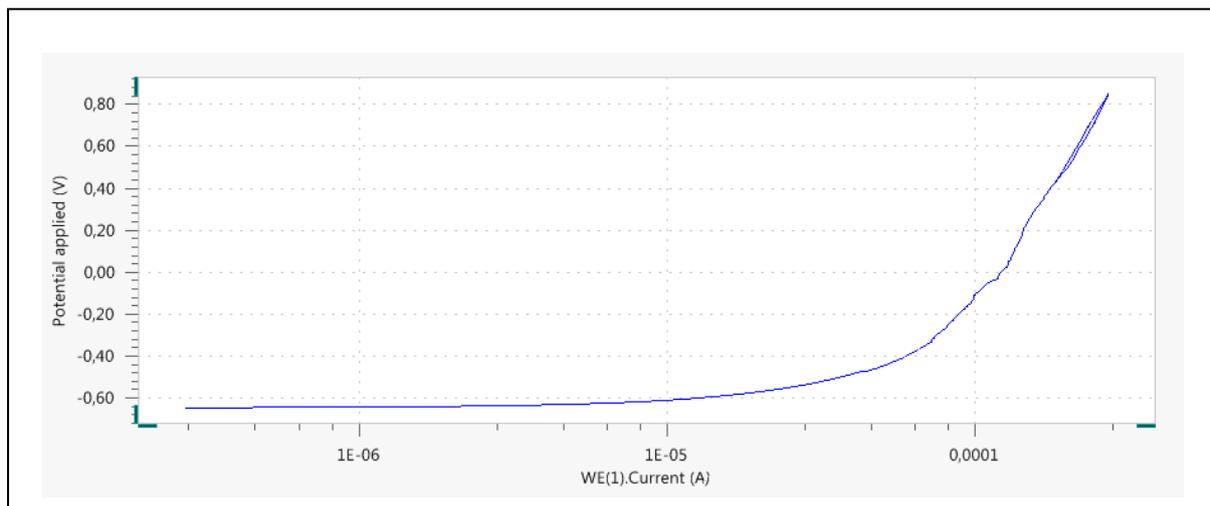


Figura 2 – Curva de polarização obtida com o ensaio de polarização do mini-implante do grupo 2

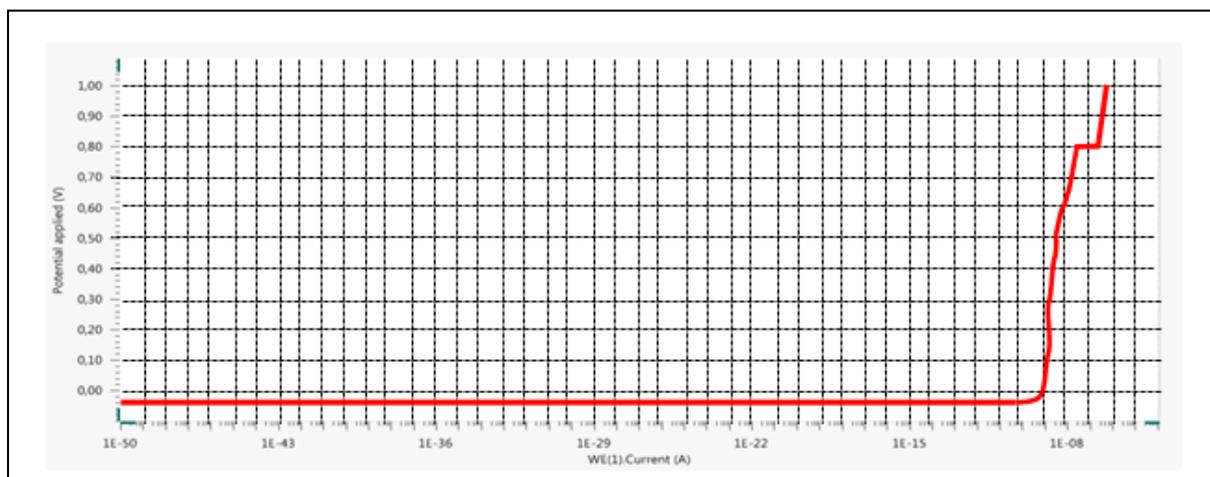


Figura 3 – Curva de polarização obtida com o ensaio de polarização do mini-implante do grupo 1, evidenciando E_{pite} em 0,8 V

Microestrutura da superfície

As imagens de MEV da superfície de rosca dos mini-implantes dos grupos 1 (Figura 4 e 5) e 2 (Figura 6 e 7) obtidas antes do ensaio de polarização cíclica demonstraram uma superfície polida e regular, sem presença de manchas ou partículas aderidas.

Após o ensaio de polarização, a avaliação no MEV foi realizada apenas no mini-implante número 3 do grupo 1, sendo detectada no mesmo uma cavidade sugestiva de corrosão por pite (Figura 8), onde foi realizada a EDS. A EDS mostrou uma redução de 61% da concentração de titânio no interior da cavidade em relação à superfície do mini-implante (Tabela 3), confirmando a presença de um pite proveniente do processo de corrosão.

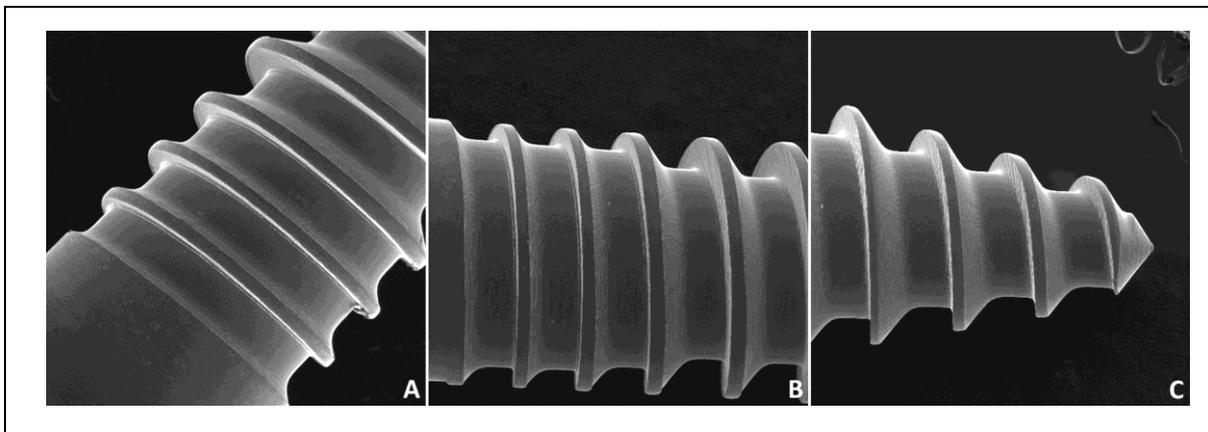


Figura 4 – Imagem da microscopia eletrônica de varredura do mini-implante do grupo 1 realizada antes do ensaio de polarização (A,B,C) com magnitude de 100x

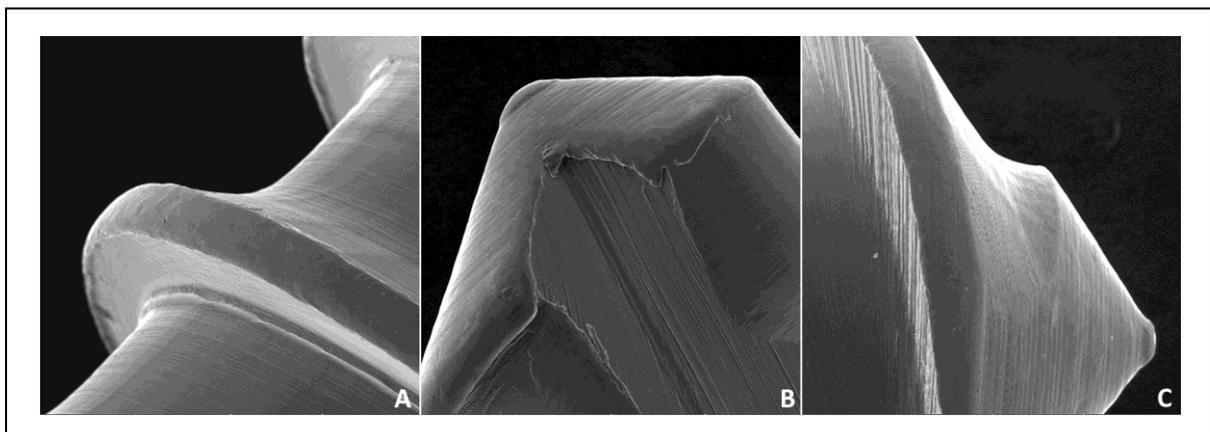


Figura 5 – Imagem da microscopia eletrônica de varredura do mini-implante do grupo 1 realizada antes do ensaio de polarização (A,B,C) com magnitude de 500x

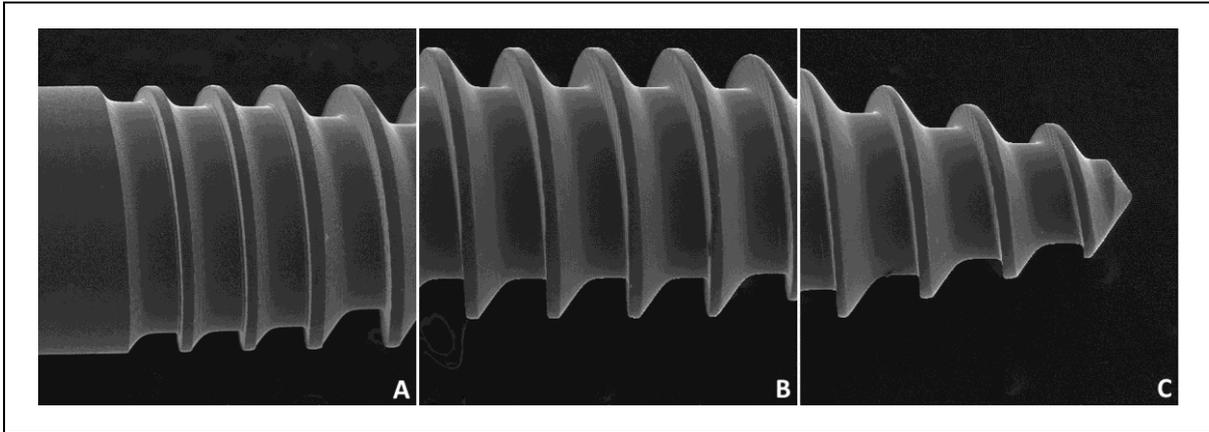


Figura 6 – Imagem da microscopia eletrônica de varredura do mini-implante do grupo 2 realizada antes do ensaio de polarização (A,B,C) com magnitude de 100x

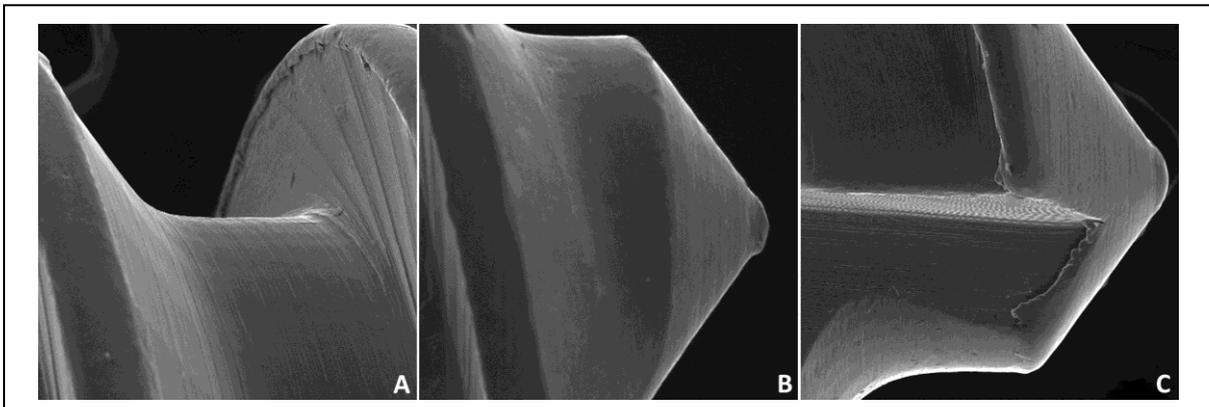


Figura 7 – Imagem da microscopia eletrônica de varredura do mini-implante do grupo 2 realizada antes do ensaio de polarização (A,B,C) com magnitude de 500x

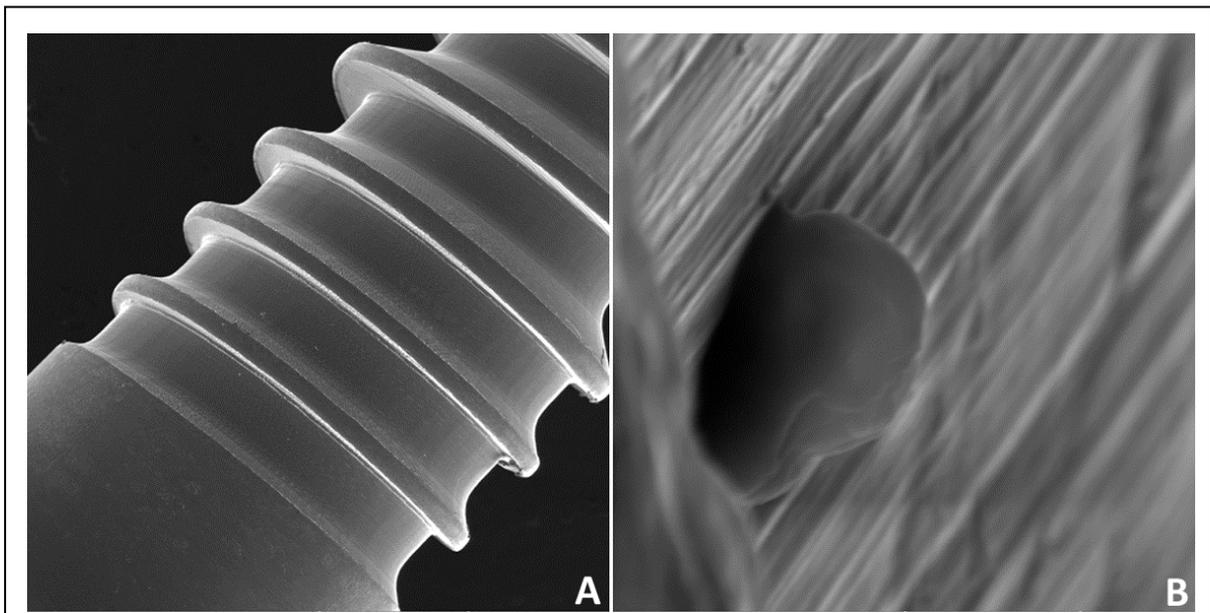


Figura 8 – Imagem da microscopia eletrônica de varredura do mini-implante do grupo 1 com pite (A: magnitude de 100x; B: magnitude de 500x)

Tabela 3 – Concentração de titânio, alumínio e vanádio no interior da cavidade e na superfície do mini-implante, obtida através da EDS

	Interior da cavidade	Superfície externa
Alumínio (%)	61,64	15,25
Titânio (%)	32,45	83,22
Vanádio (%)	5,91	1,52

DISCUSSÃO

Um dos parâmetros para se determinar a biocompatibilidade de um material é a resistência à corrosão após a sua inserção no organismo, sendo o ensaio de polarização potenciodinâmica um dos testes mais utilizados (GIL et al., 2012). A polarização potenciodinâmica pode ser realizada com dois (GIL et al., 2012; SAMPAIO et al., 2016) ou três 3 eletrodos (BARÃO et al., 2012; KNUTSON e BERZINS, 2013; LICAUSI et al., 2013; FAVERANI et al., 2014; SOUZA et al., 2015; AZEM et al., 2016), como realizada na presente pesquisa. No sistema de 3 eletrodos, a corrente é direcionada do eletrodo de trabalho para o contra-eletrodo, enquanto o potencial é medido entre os eletrodos de trabalho e de referência. A utilização desse sistema permitiu medições mais precisas, pois a ausência de corrente de elétrons no eletrodo de referência manteve seu potencial constante, propiciando uma referência estável para as medições do ensaio (NEUMAN, 2000).

O material utilizado no eletrodo de referência e no contra-eletrodo também influencia o ensaio de polarização, pois alguns materiais podem sofrer dissolução durante o ensaio, prejudicando os resultados (NEUMAN, 2000). Nesta pesquisa e em trabalhos anteriores (LICAUSI et al., 2013; SOUZA et al., 2015) foram empregados os eletrodos de platina e de prata, que juntamente com o ouro, são considerados os materiais indicados em estudos de cinética e em mecanismos de transferência de elétrons, devido à mínima dissolução que apresentam (NEUMAN, 2000).

Para determinar o comportamento eletroquímico dos mini-implantes, estudos anteriores utilizaram discos ou cilindros da liga Ti6Al4V (KNUTSON e BERZINS, 2013) ou o dispositivo em sua forma original (SOUZA et al., 2015; SAMPAIO et al.,

2016) como eletrodo de trabalho, assim como a presente pesquisa. A utilização de mini-implantes permite simular a energia liberada pelas reações químicas (entropia) e a desorganização molecular em função da área de contato (entalpia) que ocorrem quando o dispositivo está inserido em seu sítio ósseo (SONNTAG e GORDON, 1991; LAMBERT, 2007). O aumento da superfície de contato associado à geometria da rosca do mini-implante resulta em elevação dos níveis energéticos relacionados à entalpia e a entropia, tornando o meio altamente reagente e mais susceptível ao processo corrosivo (SONNTAG e GORDON, 1991), sendo tal situação desprezada quando discos ou cilindros da liga metálica são utilizados.

Uma vez que o objeto de avaliação da presente pesquisa foi a porção do mini-implante que permanece inserida nos tecidos ósseos do paciente, a solução indicada para o experimento deveria mimetizar a agressão eletrolítica provocada pelo meio, sendo utilizado o ringer lactato por ser isotônico ao plasma sanguíneo (NOLAN, 2001). A saliva artificial foi descrita como meio em ensaios de polarização (KNUTSON e BERZINS, 2013; LICAUSI et al., 2013; SOUZA et al., 2015; SAMPAIO et al., 2016), porém a escolha desta solução só faria sentido se o estudo avaliasse a resistência a corrosão da cabeça e do pescoço do mini-implante (Knutson e Berzins, 2013), simulando sua aplicação clínica.

O ensaio de polarização cíclica baseia-se na medição da transferência de elétrons entre os eletrodos. Por ser de baixa intensidade, ondas eletromagnéticas externas podem modificar o fluxo de elétrons no interior da célula eletroquímica, o que compromete a medição durante o ensaio de polarização (RISOS et al., 2016). Para evitar tais interferências e proporcionar resultados confiáveis, os experimentos desta pesquisa foram realizados no interior de uma Gaiola de Faraday acoplada a um aterramento exclusivo, diferentemente de outras pesquisas (BARÃO et al., 2012; KNUTSON e BERZINS, 2013; LICAUSI et al., 2013; SOUZA et al., 2015; AZEM et al., 2016) que não mencionaram e/ou não utilizaram a Gaiola de Faraday para avaliar a liga Ti6Al4V.

O potencial de circuito aberto (OCP) é definido como o potencial de um material condutor de elétrons imerso em um meio eletrolítico condutor de íons (SOUZA et al., 2015), sendo obtido quando os eletrodos, em circuito aberto, apresentam relativa estabilização eletrolítica, com pequena variação do potencial em função do tempo, sendo depende do ambiente do ensaio e do tempo de exposição (SOUZA et al., 2015). A estabilização do potencial da presente pesquisa foi

visualizada em aproximadamente 11 minutos nos dois grupos, tempo este inferior à outras pesquisas, que relataram uma estabilização de potencial após 20 min (LICAUSI et al., 2013), 60 min (SOUZA et al., 2015; Barão et al., 2012; Azem et al., 2016 e Sampaio et al., 2016), 120 min (KNUTSON e BERZINS, 2013) e 250 min (GIL et al., 2012) de manutenção dos eletrodos em circuito aberto. A variação entre os tempos de obtenção do OCP está relacionada às diferenças metodológicas, como ambiente do ensaio, composição e formato dos eletrodos, estabilização da rede elétrica e interferências eletromagnéticas, que influenciam diretamente o tempo para obtenção do equilíbrio eletroquímico do sistema avaliado (SOUZA et al., 2015).

Apesar de a comparação estatística ter ficado no limiar da significância determinada, com $p=0,05$, o grupo 2 apresentou o valor de OCP 43% menor do que o grupo 1, indicando uma maior reatividade química e pré-disposição à corrosão (SOUZA et al., 2015) dos mini-implantes que permaneceram inseridos. Porém, não foi identificado nenhum indício de corrosão nos componentes do grupo 2, que permaneceram, em média 230 dias inseridos no osso alveolar. Além disso, os grupos não apresentaram diferença para o potencial de passivação primário (E_{pp}) e para a corrente de passivação primária (i_{pp}), o que reflete a igualdade entre os grupos no que se refere ao poder protetor do filme passivo contra a corrosão (NEUMAN, 2000). Contrariamente, Patil et al. (2015) identificaram em imagens de MEV indícios de corrosão em mini-implantes que permaneceram inseridos em seus sítios ósseos por 230 dias ou por 390 dias, sendo que o grupo controle não apresentou tais alterações superficiais. Entretanto os autores não avaliaram o comportamento eletroquímico dos dispositivos.

Em relação ao mini-implante que apresentou um ponto de corrosão (número 3 do grupo 1), o aumento repentino da corrente no potencial induzido de 0,80V indica que, nesse momento, houve a quebra da camada protetora e formação do processo de corrosão por pite, confirmado pelo resultado do EDS. Imediatamente após esse estágio, a taxa de aumento da corrente retornou ao esperado, indicando que houve repassivação da camada protetora e o ponto de corrosão foi recoberto pela película de TiO_2 (LICAUSI et al., 2013). Ao final do ensaio, o mini-implante apresentou um E_{pp} de 1,034V, próximo a média de seu grupo, porém uma i_{pp} 98% menor do que a média do seu grupo ($0,74 \mu A/cm^2$), indicando a fragilidade da proteção contra corrosão advinda do filme passivo (NEUMAN, 2000).

No presente estudo, a análise visual das imagens obtidas com o MEV, não indicaram imperfeições estruturais da superfície da rosca dos mini-implantes causadas pelo processo de fabricação (grupo 1) e pelos procedimentos de inserção e remoção dos dispositivos (grupo 2), sendo as imagens dos mini-implantes dos dois grupos semelhantes. Contrariamente, Patil et al. (2015) identificaram fendas e imperfeições nas superfícies de mini-implantes como recebidos do fabricante. Tais imperfeições foram mais evidentes nos mini-implantes utilizados, que, juntamente com áreas de início de corrosão, representaram uma consequência da inserção, permanência e remoção desses dispositivos.

CONCLUSÃO

A permanência média de 230 dias de mini-implantes ortodônticos fabricados com liga Ti6Al4V nos sítios ósseos de inserção não causou alterações significativas na resistência à corrosão e nas características superficiais desses dispositivos.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FAPEMIG pelo apoio a este estudo.

REFERÊNCIAS

ALSAMAL S, BITSANIS E, MAKOU M, ELIADES G. Morphological and structural characteristics of orthodontic mini-implants. *J Orofac Orthop.* 2012;1:58-71.

AZEM FA, DELICE TK, UNGAN G, CAKIR A. Investigation of duty cycle effect on corrosion properties of electrodeposited calcium phosphate coatings. *Mater Sci Eng C.* 2016;68:681-86.

BAGATIN CR, ITO IK, ANDRUCIOLI MCD, NELSON-FILHO P, FERREIRA JTL. Corrosion in Haas expanders with and without use of an antimicrobial agent: an in situ study. *J Appl Oral Sci.* 2011;19:662-67.

BARÃO VAR, MATHEW MT, ASSUNÇÃO WG, YUAN JCC, WIMMER MA, SUKOTJO, C. Stability of cp-Ti and Ti-6Al-4V alloy for dental implants as a function of saliva pH – an electrochemical study. *Clin Oral Impl Res.* 2012;23:1055–62.

CHUNG KR, CHOO HR, KIM SH, NGAN P. Timely relocation of mini-implants for uninterrupted full-arch distalization. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2010;138:839-49.

COSTA MT, LENZA MA, GOSCH CS, COSTA I, RIBEIRO-DIAS F. In vitro evaluation of corrosion and cytotoxicity of orthodontic brackets. *J Dent Res.* 2007;86:415-41.

ELIADES T, ZINELIS S, PAPADOPOULOS MA, ELIADES G. Characterization of retrieved orthodontic miniscrew implants. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2009;135:10-17.

FAVERANI LP, BARAO VAR, PIRES MFA, YUAN JC, SUKOTJO C, MATHEW TM, ASSUNÇÃO WG. Corrosion kinetics and topography analysis of Ti6Al4V alloy subjected to different mouthwash solutions. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2014;43:1–10.

GIL L, DELGADO E, ESPINAR J, LLAMAS M. Corrosion and corrosion-fatigue behavior of cp-Ti and Ti–6Al–4V laser-marked biomaterials. *J Mater Sci Mater Med.* 2012;23:885–890.

GUÉHENNEC L, SOUEIDA A, LAYROLLE P. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. *Dent Mater.* 2007;23:844–54.

GUIRE MK, SCHEYER ET, GALLERANO RL. Temporary anchorage devices for tooth movement: a review and case reports. *J Periodontol.* 2006;70:1613-24.

HOLST AI, HOLST S, HIRSCHFELDER U, SECKENDORFF VV. Retrieval analysis of different orthodontic brackets: the applicability of electron microprobe techniques for determining material heterogeneities and corrosive potential. *J Appl Oral Sci.* 2012;20:478-85.

IJIMA M, MUGURUMA T, KAWAGUCHI M, YASUDA Y, MIZOGUCHI I. In vivo degradation of orthodontic miniscrew implants: surface analysis of as-received and retrieved specimens. *J Mater Sci: Mater Med.* 2015;26:70-7.

KAO CT, DING SJ, HE H, CHOU MY, HUANG TH. Cytotoxicity of orthodontic wire corroded in fluoride solution in vitro. *Angle Orthod.* 2007;77:349-54.

KNUTSON KJ, BERZINS DW. Corrosion of orthodontic temporary anchorage devices. *Eur J Orthod.* 2013;35:500-06.

LAMBERT FL. Configurational entropy revisited. *J Chem Education.* 2007;48:1548-50.

LICAUSI MP, MUNOZ AI, BORRÁS VA. Influence of the fabrication process and fluoride content on the tribocorrosion behaviour of Ti6Al4V biomedical alloy in artificial saliva. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2013;20:137-48.

LIEBLICH M, BARRIUSO S, MULTIGNER M, GONZÁLEZ-DONCEL G, GONZÁLEZ-CARRASCO JL. Thermal oxidation of medical Ti6Al4V blasted with ceramic particles: Effects on the microstructure, residual stresses and mechanical properties. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015;54:173-84.

NEUMAN MR. Biopotential electrodes. In: *The biomedical engineering handbook*. 2nd ed. Joseph D, editor. Boca Raton: CRC Press; 2000.

NOLAN JP. Fluid resuscitation for the trauma patient. *Resuscitation.* 2001;48:57-69.

PARK HS, JEONG SH, KWON OW. Factors affecting the clinical success of screw implants used as orthodontic anchorage. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2006;130:18–25.

PATIL P, KHARBANDA O, DUGGAL R, DAS TK, KALYANASUNDARAM D. Surface deterioration and elemental composition of retrieved orthodontic miniscrews. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2015;147:88-100.

PRABHU J, COUSLEY RR. Current products and practice: bone anchorage devices in orthodontics. *J Orthod Sci.* 2006;33:288–307.

RISOS A, LONG N, HUNZE A, GOUWS G. A 3D Faraday shield for interdigitated dielectrometry sensors and its effect on capacitance. *Sensors.* 2016;17:77-90.

SAMPAIO M, BUCIUMEANU M, HENRIQUES B, SILVA F, SOUZA JCM, GOMES JR. Tribocorrosion behavior of veneering biomedical PEEK to Ti6Al4V structures. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;54:123-30.

SONNTAG RE, GORDON JW. *Introduction to thermodynamics: classical and statistical.* 3rd ed. John Wiley & Sons; 1991.

SOUZA JCM, BARBOSA SL, ARIZA EA, HENRIQUES M, TEUGHELIS W, PONTIAUX P, CELIS JP, ROCHA LA. How do titanium and Ti6Al4V corrode in flouridated medium as found in the oral cavity? An in vitro study. *Mater Sci Eng.* 2015;47:384–93.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os mini-implantes avaliados, de uma maneira geral, apresentaram-se sem alterações nas análises das superfícies de roscas e não apresentaram corrosão, exceto por um mini-implante do grupo controle que apresentou corrosão por pite. A permanência média de 230 dias de mini-implantes ortodônticos fabricados com liga Ti6Al4V nos sítios ósseos de inserção não causou alterações significativas na resistência à corrosão e nas características superficiais desses dispositivos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AKYALCIN, S.; MCIVER, H. P.; ENGLISH, J. D.; ONTIVEROS, J. C.; GALLERANO, R. L. Effects of repeated sterilization cycles on primary stability of orthodontic mini-screws. **Angle Orthod.**, v. 4, n. 83, p. 674-679, Dec. 2013.
- ALSAMAK, S.; BITSANIS, E.; MAKOU, M.; ELIADES G. Morphological and structural characteristics of orthodontic mini-implants. **J Orofac Orthop**, n. 1, p. 58-71. Jan. 2012.
- AZEM, F. A.; DELICE, T. K.; UNGAN, G.; CAKIR, A. Investigation of duty cycle effect on corrosion properties of electrodeposited calcium phosphate coatings. **Mater Sci Eng C**, v. 68, p. 681-686, Nov. 2016.
- BAGATIN, C. R.; ITO, I. K.; ANDRUCIOLI, M. C. D.; NELSON-FILHO, P.; FERREIRA, J. T. L. Corrosion in Haas expanders with and without use of an antimicrobial agent: an in situ study. **J Appl Oral Sci**, v. 19, n. 6, p. 662-667, 2011.
- BARÃO, V. A. R.; MATHEW, M.T.; ASSUNÇÃO, W. G.; YUAN, J. C. C.; WIMMER, M. A.; SUKOTJO, C. Stability of cp-Ti and Ti-6Al-4V alloy for dental implants as a function of saliva pH – an electrochemical study. **Clin Oral Impl Res**, v. 23, p. 1055–1062, 2012.
- BAUER, J. R. O. **Propriedades mecânicas do titânio comercialmente puro e da liga Ti6Al4V fundidos em diferentes ambientes**. 2007. 62 f. Tese (Doutorado em Materiais Dentários) - Faculdade de Odontologia da USP, São Paulo.
- CAMPOS, M. J. S.; CAETANO, P. L.; SILVA, E. F.; FRAGA, M. R.; VITRAL, R. W. F. Elemental composition of miniscrews. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v. 148, p. 362-362, 2015.
- CHIN, M. Y. H.; SANDHAM, A.; VRISES, J.; VAN DER MEI, H. C.; BUSSCHER, H. J. Biofilm formation on surface characterized micro-implants

for skeletal anchorage in orthodontics. **Biomat**, v. 28, p. 2032–2040, 2007.

CHUNG, K. R.; CHOO, H.R.; KIM, S. H.; NGAN, P. Timely relocation of mini-implants for uninterrupted full-arch distalization. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v. 138, p. 839-849, 2010.

COSTA, M. T.; LENZA, M. A.; GOSCH, C. S.; COSTA, I.; RIBEIRO-DIAS, F. In vitro evaluation of corrosion and cytotoxicity of orthodontic brackets. **J Dent Res**, v. 86, p. 441-415, 2007.

DALVI, A. C. **Implantes Ortodônticos de aço inoxidável**. 2014. 103 F. Tese (Doutorado em Engenharia) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro.

GOLDBERG, J.R.; GILBERT, J. L. The electrochemical and mechanical behavior of passivated of TiN/AlN-coated CoCrMo and Ti6Al4V alloys. **Biomat**, v. 25, p. 851-864, 2004.

GIOKA, C.; BOURAUUEL, C.; ZINELIS, S.; SILIKAS, N.; ELIADES, G. Titanium orthodontic brackets: structure, composition, hardness and ionic release. **Dent Mater**, v. 20, n. 7, p. 693-700, Sep. 2004.

ELIADES, T.; ZINELIS, S.; PAPADOPOULOS, M. A.; ELIADES, G. Characterization of retrieved orthodontic miniscrew implants. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v. 135, n. 1, p. 10-17, Jan. 2009.

EL-WASSEFY, N.; EL-FALLAL, A.; TAHA, M. Effect of different sterilization modes on the surface morphology, ion release, and bone reaction of retrieved micro-implants. **Angle Orthod**, v. 85, n. 1, p. 39-47, May. 2015.

FAVERANI, L. P.; BARÃO, V. A. R.; PIRES, M. F. A.; YUAN, J. C.; SUKOTJO, C.; MATHEW, T. M.; ASSUNÇÃO, W. G. Corrosion kinetics and topography analysis of Ti6Al4V alloy subjected to different mouthwash solutions. **Mater Sci Eng C Mater Biol Appl**, v. 43, p. 1–10, July 2014.

GENTIL, V. **Corrosão**. 5 ed. LTC-Livros Técnicos e Científicos: Rio de Janeiro, 2007. 356 p.

GIL, L.; DELGADO, E.; ESPINAR, J.; LLAMAS, M. Corrosion and corrosion-fatigue behavior of cp-Ti and Ti-6Al-4V laser-marked biomaterials. **J Mater Sci Mater Med**, v. 23, n. 4, p. 885-890, Apr. 2012.

GOLDBERG, J. R.; GILBERT, J. L. The electrochemical and mechanical behavior of passivated and 11TiN/AlN-coated CoCrMo and Ti6Al4V alloys. **Biomater**, v. 25, n. 5, p. 851-864. Fev. 2004.

GUÉHENNEC, L.; SOUEIDA, A.; LAYROLLE, P. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. **Dent Mater**, v. 23, n. 7, p. 844-854, July, 2007.

GUIRE, M.K.; SCHEYER, E. T.; GALLERANO, R.L. Temporary anchorage devices for tooth movement: a review and case reports. **J Periodontol**, v. 70, p. 1613-1624, 2006.

HANAWA, T. Metal ion release from metal implants. **Mater Sci Eng C Biomim Supramol Syst**, v. 12, n. 6, p. 745-52. Nov. 2004.

HOLST, A. I.; HOLST, S.; HIRSCHFELDER, U.; SECKENDORFF, V. V. Retrieval analysis of different orthodontic brackets: the applicability of electron microprobe techniques for determining material heterogeneities and corrosive potential. **J Appl Oral Sci**, v. 20, n. 4, p. 478-485, 2012.

HUJA, S. S.; LITSKY, A. S.; BECK, F. M.; JOHNSON, K. A.; LARSEN, P. E. Pull-out strength of monocortical screws placed in maxilla and mandibles of dogs, **Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.**, v. 127, p. 307-313, 2005.

LAMBERT, F. L. Configurational entropy revisited. **J Chem Education**, v. 48, n. 9, p. 1548-1550, 2007.

IJIMA, M.; MUGURUMA, T.; KAWAGUCHI, M.; YASUDA, Y.; MIZOGUCHI, I. In vivo degradation of orthodontic miniscrew implants: surface analysis of as-received and retrieved specimens. **J Mater Sci: Mater Med**, v. 26, Feb. 2015.

KAO, C. T.; DING, S. J.; HE, H.; CHOU, M. Y.; HUANG, T. H. Cytotoxicity of orthodontic wire corroded in fluoride solution in vitro. **Anlge Orthod**, v. 77, p. 349-354, 2007.

KNUTSON, K. J.; BERZINS, D. W. Corrosion of orthodontic temporary anchorage devices. **Eur J Orthod**, v. 35, p. 500-506, May. 2013.

LICAUSI, M. P.; MUNOZ, A. I.; BORRÁS, V. A. Influence of the fabrication process and fluoride content on the tribocorrosion behaviour of Ti6Al4V biomedical alloy in artificial saliva. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 20, p. 137-148. April. 2013.

LIEBLICH, M.; BARRIUSO, S.; MULTIGNER, M.; GONZÁLEZ-DONCEL, G.; GONZÁLEZ-CARRASCO, J. L. Thermal oxidation of medical Ti6Al4V blasted with ceramic particles: Effects on the microstructure, residual stresses and mechanical properties. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 54, p. 173-184, Sep. 2015.

MANHABOSCO, T. M.; MULLER, I. L. Tribocorrosão da liga ti6al4v em solução salina tamponada com fosfato. **Quim. Nova**, v. 32, n. 9, p. 2263-2267, out. 2009.

MARASSI, C.; LEAL, A.; HERDY, J. L. O uso de miniimplantes como auxiliares do tratamento ortodôntico. **Ortodontia**, v. 38, n. 3, p. 256-65, 2006.

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

MORAIS, L. S.; SERRA, G. G.; MULLER, C. A.; ANDRADE, L. R.; PALERMO, E. F.; ELIAS, C. N.; MEYERS, M. Titanium alloy mini-implants for orthodontic anchorage: Immediate loading and metal ion release. **Acta Biomater.**, v. 3, n. 3, p. 331-339, Jan. 2007.

- NEUMAN, M. R. Biopotential Electrodes. **The Biomedical Engineering Handbook: Second Edition**. Ed. Joseph D. Bronzino Boca Raton: CRC Press LLC, 2000.
- NIENKEMPER, M.; HANDSCHEL, J.; DRESCHER, D. Systematic review of mini-implant displacement under orthodontic loading. **Int J of Oral Sci**, v. 6, p. 1-6, 2014.
- NOLAN, J. P. Fluid resuscitation for the trauma patient. **Resuscitation**, v. 48, n. 1, p.57-69, 2001.
- NOOROLLAHIAN, S.; ALAVI, S, MONIRIFARD, M. A processing method for orthodontic mini-screws reuse. **Dent Res J**, v. 9, n. 4, p. 447-451, 2012.
- OLMEDO, D. G.; TASAT, D. R.; DUFFÓ, G.; GUGLIELMOTTI, M. B.; CABRINI, R. L. The issue of corrosion in dental implants: a review. **Acta Odontol Latinoam**, v. 22, n.1, p. 3-9, Jan. 2009.
- PATIL, P.; KHARBANDA, O.; DUGGAL, R.; DAS, T. K.; KALYANASUNDARAM, D. Surface deterioration and elemental composition of retrieved orthodontic miniscrews. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v.147, n. 4, p. 88-100, April, 2015.
- PEREZ, N. **Corrosion Science**. Department of Mechanical Engineering University of Puerto Rico. Kluwer Academic Publishers: 353 p. 2004.
- PARK, H. S.; JEONG, S. H.; KWON, O. W. Factors affecting the clinical success of screw implants used as orthodontic anchorage. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v. 130, p. 18–25, 2006.
- PRABHU, J.; COUSLEY, R. R. Current products and practice: bone anchorage devices in orthodontics. **J Orthod Sci**, v. 33, n. 4, p. 288–307. Dec. 2006.
- REYNDERS, R. M.; LADU, L.; RONCHI, L.; GIROLAMO, N. D.; LANGE, J. D.; ROBERTS, N.; PLÜDDEMANN, A. Insertion torque recordings for the diagnosis of contact between orthodontic mini-implants and dental roots: protocol for a systematic review. **Syst Rev**, v. 4, n. 39, p. 4-15, 2015.

RISOS, A.; LONG, N.; HUNZE, A.; GOUWS, G. A 3D Faraday shield for interdigitated dielectrometry sensors and its effect on capacitance. **Sensors**, v. 17, n. 1, p. 77-90, Dec. 2016.

SALDAÑA, L.; BARRANCO, V.; GARCIA-ALONSO, M. C.; VALLÉS, G.; ESCUDERO, M. L.; MUNUERA, L. Concentration-dependent effects of titanium and aluminum ions released from thermally oxidized Ti6Al4V alloy on human osteoblasts. **J Biomed Mater Res**, v. 77, n. 2, p. 220-229, May, 2006.

SAMPAIO, M.; BUCIUMEANU, M.; HENRIQUES, B.; SILVA, F.; SOUZA, J. C. M.; GOMES, J. R. Tribocorrosion behavior of veneering biomedical PEEK to Ti6Al4V structures. **J Mech Behav Biomed Mater**, v. 54, p. 123-130, Sept. 2016.

SONNTAG, R. E.; GORDON, J. V. W. **Introduction to thermodynamics: classical and statistical**. John Wiley & Sons, Inc. 3rd ed. 1991.

SOUZA, J. C. M.; BARBOSA, S. L.; ARIZA, E. A.; HENRIQUES, M.; TEUGHEL, W.; PONTIAUX, P.; CELIS, J. P.; ROCHA, L. A. How do titanium and Ti6Al4V corrode in flouridated medium as found in the oral cavity? An in vitro study. **Mater Sci Eng**, v. 47, p. 384–393, 2015.

SANTOS, L. M.; WERICK, A.; FRANÇA, D.; BORGES, A.; PANIAGO, M. Structural characterization of Ag-doped TiO₂ with enhanced photocatalytic activity. **RSC Advances**: an international journal to further the chemical sciences, v. 5, p. 752-759, 2015.

SERRA, G.; MORAIS, L. S.; ELIAS, C. N.; MEYERS, M. A.; ANDRADE, L.; MÜLLER, C.; MÜLLER, M. Sequential bone healing of immediately loaded mini-implants. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v. 134, p. 44–52, 2008.

SERRA, G.; MORAIS, L. S.; ELIAS, C. N.; SEMENOVA, I. P.; VALIEV, R.; SALIMGAREVA, G.; PITHON, M.; LACERDA, R. Nanostructured severe plastic deformation processed titanium for orthodontic mini-implants. **Mat Sci and Engineering C**, v. 33, p. 4197–4202, 2013.

SILVA, E. F.; OLIVEIRA, L. F. C. Caracterização química e metalográfica dos aços inoxidáveis de implantes removidos de pacientes. **Acta Ortop Bras.**, v. 19, n. 5, p. 280-285, Jan. 2011.

TIAN, Y. S.; CHEN, C. Z.; LI, S. T.; HUO, Q. H. Research progress on laser surfacemodification of titanium alloys. **Appl Surf Sci**, v. 242, p. 177–184, 2005.

VILLELA, H.; SAMPAIO, A. L.; BEZERRA, F. Utilização de mini-implantes para ancoragem ortodôntica direta. **Innovations J**, v. 8, n. 1, p. 5-12, 2004.

ZAFFE, D.; BERTOLDI, C.; CONSOLO, U. Accumulation of aluminium in lamellar bone after implantation of titanium plates, Ti-6Al-4V screws, hydroxyapatite granules. **Biomat**, v. 25, n. 17, p. 3837–3844, 2004.

ZHANG, K.; WU, X.; DAVIES, C. H. J. Effect of microtexture on short crack propagation in two-phase titanium alloys. **Int J Fatigue**, v. 104, p. 206-220, 2017.

ANEXO – PARECER DO COMITÊ DE ÉTICA E PESQUISA



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Avaliação da resistência à corrosão e caracterização metalográfica de mini-implantes removidos de pacientes ortodônticos

Pesquisador: Marcio Campos

Área Temática:

Versão: 1

CAAE: 43925915.1.0000.5147

Instituição Proponente: FACULDADE DE ODONTOLOGIA

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 1.129.481

Data da Relatoria: 28/04/2015

Apresentação do Projeto:

Apresentação do projeto esta clara e detalhada de forma objetiva. Descreve as bases científicas que justificam o estudo.

Objetivo da Pesquisa:

Apresenta clareza e compatibilidade com a proposta de estudo.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

O risco que o projeto apresenta é caracterizado como risco mínimo, considerando que os indivíduos não sofrerão qualquer dano ou sofrerão prejuízo pela participação ou pela negação de participação na pesquisa e benefícios esperados, estão adequadamente descritos.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

O projeto está bem estruturado, delineado e fundamentado, sustenta os objetivos do estudo em sua metodologia de forma clara e objetiva, e se apresenta em consonância com os princípios éticos norteadores da ética na pesquisa científica envolvendo seres humanos elencados na resolução 466/12 do CNS e com a Norma Operacional Nº 001/2013 CNS.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

O projeto está em configuração adequada e há apresentação de declaração de infraestrutura e de concordância com a realização da pesquisa, assinada pelo responsável da instituição onde será

Endereço: JOSE LOURENCO KELMER S/N
Bairro: SAO PEDRO **CEP:** 36.036-900
UF: MG **Município:** JUIZ DE FORA
Telefone: (32)2102-3788 **Fax:** (32)1102-3788 **E-mail:** cep.propesq@ufjf.edu.br



Continuação do Parecer: 1.129.481

realizada a pesquisa. Apresentou de forma adequada o termo de dispensa do TCLE. O Pesquisador apresenta titulação e experiência compatível com o projeto de pesquisa.

Recomendações:

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Diante do exposto, o projeto está aprovado, pois está de acordo com os princípios éticos norteadores da ética em pesquisa estabelecido na Res. 466/12 CNS e com a Norma Operacional CNS 001/2013. Data prevista para o término da pesquisa: Julho de 2017.

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

Considerações Finais a critério do CEP:

Diante do exposto, o Comitê de Ética em Pesquisa CEP/UFJF, de acordo com as atribuições definidas na Res. CNS 466/12 e com a Norma Operacional N°001/2013 CNS, manifesta-se pela APROVAÇÃO do protocolo de pesquisa proposto. Vale lembrar ao pesquisador responsável pelo projeto, o compromisso de envio ao CEP de relatórios parciais e/ou total de sua pesquisa informando o andamento da mesma, comunicando também eventos adversos e eventuais modificações no protocolo.

JUIZ DE FORA, 29 de Junho de 2015

Assinado por:
Francis Ricardo dos Reis Justi
(Coordenador)

Endereço: JOSE LOURENCO KELMER S/N
Bairro: SAO PEDRO **CEP:** 36.036-900
UF: MG **Município:** JUIZ DE FORA
Telefone: (32)2102-3788 **Fax:** (32)1102-3788 **E-mail:** cep.propesq@ufjf.edu.br