



República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) (21) **PI 0503773-5 A**



(22) Data de Depósito: 28/06/2005  
(43) Data de Publicação: 30/10/2007  
(RPI 1921)

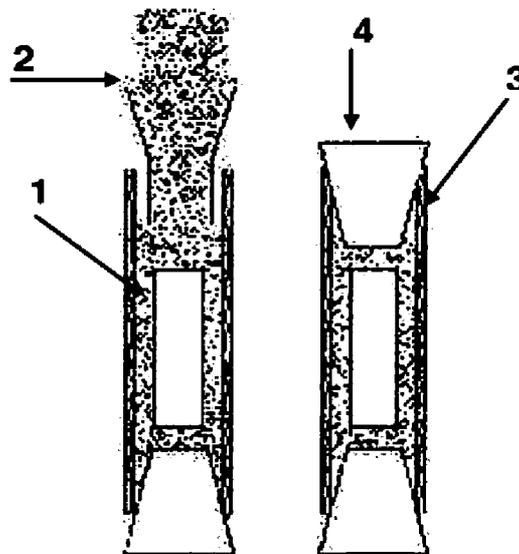
(51) *Int. Cl.:*  
**B22F 3/12 (2007.10)**

(54) **Título: PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO COMPOSTO DE SUBSTRATO E REVESTIMENTO PARA UTILIZAÇÃO EM IMPLANTES CIRÚRGICOS**

(71) **Depositante(s):** INT - Instituto Nacional de Tecnologia (BR/RJ) , CTA - Centro Técnico Aeroespacial (BR/SP) , UFRJ - Universidade Federal do Rio de Janeiro (BR/RJ)

(72) **Inventor(es):** Marize Varella de Oliveira, Carlos Alberto Alves Cairo, Luiz Carlos Pereira

(57) **Resumo:** PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO COMPOSTO DE SUBSTRATO E REVESTIMENTO PARA UTILIZAÇÃO EM IMPLANTES CIRÚRGICOS. A presente invenção descreve a metodologia de processamento de pós para a fabricação de produto composto de substrato (1) de liga de titânio e revestimento poroso (6) de titânio puro, para aplicação em implantes cirúrgicos. O processamento envolve técnicas de metalurgia do pó, que visam garantir a obtenção de um substrato (1) com alta densidade e propriedades mecânicas compatíveis com as solicitações impostas a implantes cirúrgicos, e um revestimento (6) com porosidade controlada, de forma a possibilitar a penetração do tecido ósseo (11) dentro dos poros, proporcionando uma melhor fixação do implante.





## **PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO COMPOSTO DE SUBSTRATO E REVESTIMENTO PARA UTILIZAÇÃO EM IMPLANTES CIRÚRGICOS**

### **Campo da Invenção**

5                   A presente invenção descreve a metodologia de processamento de pós para a fabricação de produto composto de substrato de liga de titânio e revestimento poroso de titânio puro, para aplicação em implantes cirúrgicos. O processamento envolve técnicas de metalurgia do pó, que visam garantir a obtenção de um substrato com alta densidade e propriedades mecânicas  
10                   compatíveis com as solicitações impostas a implantes cirúrgicos, e um revestimento com porosidade controlada, de forma a possibilitar a penetração do tecido ósseo dentro dos poros, proporcionando uma melhor fixação do implante.

### **Fundamentos da Invenção**

15                   Dentre os biomateriais metálicos, o titânio é reconhecidamente o que apresenta a melhor combinação de propriedades mecânicas e biocompatibilidade, para aplicações em implantes cirúrgicos, utilizados nos campos da ortopedia, cardiologia, neurologia e odontologia.

20                   Processos alternativos à fundição de produtos de titânio, a exemplo das técnicas "near net shape", possibilitaram a redução do custo de fabricação, através da produção de componentes com formato próximo ao do produto final, com economia de matéria prima e redução de etapas de fabricação.

25                   Dentre esses processos, a metalurgia do pó possibilita a melhoria da homogeneidade estrutural e a otimização das propriedades mecânicas do substrato, o qual deve possuir alta densidade (pequena quantidade de poros) e comportamento mecânico adequado, a fim de suportar as solicitações demandadas pelo corpo humano. A metalurgia do pó permite também a obtenção de propriedades específicas do revestimento, como a porosidade  
30                   controlada, que melhora a adesão do tecido ósseo (osteointegração) e, como conseqüência, a fixação do implante em um período relativamente longo e modificações dos valores do módulo de elasticidade do revestimento.

A biocompatibilidade do implante depende não apenas da composição química do material, mas também de outras características de superfície (energia superficial e microtopografia), que influenciam na interação do implante com o sistema biológico, que por sua vez irão determinar o comportamento da interface entre o osso e o implante. Para materiais que são implantados junto ao osso, sem utilização de adesivos, é importante que a formação do osso ocorra com a maior velocidade possível, o que aumenta o desempenho do implante em um período relativamente longo. A melhor eficácia da fixação do implante ao osso aumenta a durabilidade do implante evitando uma nova cirurgia que é custosa e traumatizante para o paciente.

#### **Descrição da Técnica Anterior**

Na técnica convencional os revestimentos são geralmente aplicados em substratos fabricados por empresas que produzem “pre-formas” fundidas e/ou conformadas (por exemplo, laminação, extrusão, forjamento), que são adquiridas por fabricantes de implantes cirúrgicos. Esses fabricantes utilizam processos de usinagem para conferir a forma geométrica do implante e posteriormente aplicam o revestimento utilizando outros processos.

A aplicação de enxertos segundo a técnica convencional, utiliza para a fixação de implantes ortopédicos, cimento polimérico acrílico polimetil metacrilato. Evidências clínicas comprovam que o cimento não mantém a fixação do implante por longos períodos de tempo devido à sua natureza frágil, que pode sofrer fraturas (trincas) com facilidade, causando um enfraquecimento na (ou uma perda de eficácia da) ligação interfacial entre o cimento e o implante e a instabilidade mecânica no sistema.

Os implantes com rosca, largamente utilizados em odontologia, fabricados por fundição e usinagem, que possuem baixa resistência ao esforço de torção requerem um período longo de inatividade da função de mastigação após a implantação para que a osteointegração seja bem sucedida, o que obriga uma implantação em dois estágios.

O processo de fabricação de acordo com a presente invenção, ou seja, fabricação do substrato e dos revestimentos porosos combinados, por meio das técnicas de metalurgia do pó, visam solucionar estes problemas,

trazendo vantagens significativas tanto em relação às propriedades do material, quanto a redução de tempo para a conclusão do processo de implantação.

### **Sumário da Invenção**

5           A presente invenção tem por objetivo a fabricação de substrato com alta densidade e revestimentos porosos de titânio para serem utilizados em substituição às técnicas convencionais para enxertos e para a fixação de implantes cirúrgicos em lugar do cimento polimérico acrílico polimetil metacrilato.

10           A metodologia de processamento de substrato com alta densidade e revestimento poroso de titânio, objeto do presente pedido, apresenta a fabricação de implante composto de substrato e revestimento, ambos utilizando as mesmas técnicas de metalurgia do pó, o que facilita a sua adoção por parte de fabricantes de implantes. Com o emprego do  
15           procedimento agora desenvolvido, o implante pode ser fabricado com o formato final, sem a necessidade de usinagem e sem perda de matéria prima.

          Os revestimentos porosos de titânio, objeto da invenção, podem ser aplicados, por exemplo, em implantes dentários em substituição a implantes com rosca, promovendo a osteointegração de forma muito mais  
20           rápida e eficiente.

          Para que se tenha uma perfeita visualização do processo, que a seguir passamos a descrever, acompanham este relatório figuras ilustrativas as quais se faz referência adiante.

### **Breve Descrição das Figuras**

25           Na Figura 1 está representada a forma final do substrato de liga de titânio.

          Na Figura 2a está representada a etapa de enchimento da mistura de pós, necessária para a fabricação do revestimento poroso.

          Na Figura 2b está representada a forma final do conjunto, após a  
30           realização do procedimento indicado na Figura 2a.

          Na Figura 3 está representado o produto final, composto de substrato com a aplicação do revestimento poroso.

As Figuras 4a e 4b representam a microtopografia da superfície do revestimento poroso.

As Figuras 5a e 5b mostram a microestrutura porosa da seção transversal do revestimento e substrato.

5 As Figuras 6 e 7 mostram as fotografias da seção transversal de uma das amostras cilíndricas porosas, com estrutura similar ao revestimento poroso, implantadas na tíbia de coelhos brancos.

### **Descrição Detalhada da Invenção**

No implante com superfície porosa, objeto da invenção, o osso  
10 cresce dentro dos poros formando uma rede interconecta e tridimensional, criando uma forte ligação do implante ao osso e uma fixação mecânica eficaz em longo prazo. É necessário estabelecer uma interface mecanicamente sólida com a completa interação entre a superfície do material e o tecido ósseo, e com ausência de tecido fibroso na interface. A adesão celular pode  
15 ocorrer por meio de ligações químicas na superfície ou devido à existência de nanocavidades (1 – 10nm), microporosidade (1 – 50µm) ou macroporosidade (100 – 500 µm), que possuem o tamanho das proteínas e células. Essa rede de poros deve ser interconecta, ou seja, interligada mecanicamente ao tecido, a fim de proporcionar a osteointegração do implante.

20 Como já mencionado anteriormente, a metodologia de processamento de substrato com alta densidade e revestimento poroso de titânio, objeto do presente pedido, apresenta a fabricação de implante composto de substrato e revestimento, ambos utilizando as mesmas técnicas de metalurgia do pó, o que facilita a sua adoção por parte de fabricantes de  
25 implantes. O implante pode ser fabricado com o formato final, sem a necessidade de usinagem e sem perda de matéria prima.

A metalurgia do pó permite o controle de parâmetros de porosidade do revestimento, quais sejam: fração de poros, tamanho de poros e distribuição de poros.

30 No que se refere ao processamento de revestimento poroso ora proposto, onde o substrato e o revestimento são fabricados pelas mesmas técnicas, é possível controlar e prever as características e propriedades dos

substratos, que irão por sua vez influenciar fortemente a adesão do revestimento poroso, a partir do controle dos parâmetros dos pós a serem utilizados e dos parâmetros de processamento. Comparada às técnicas baseadas em “spray”-térmico, para fabricação de revestimentos, a metalurgia do pó possibilita uma melhor homogeneidade microestrutural, devido ao processamento em temperaturas mais baixas, e como consequência, uma melhor reprodutibilidade.

No presente processo para obtenção de substrato de liga de titânio são utilizados pós elementares de titânio puro e de outros elementos, a exemplo do nióbio e alumínio, para a formação da liga Ti-6Al-7Nb e do alumínio e vanádio, para a formação da liga Ti-6Al-4V. O tamanho médio de partículas dos pós de titânio e dos outros elementos se situa na faixa de 4 a 50  $\mu\text{m}$ .

Para obtenção de revestimento poroso de titânio são utilizados o pó de titânio puro obtido pela hidrogenação/dehidrogenação de finos de esponja com forma irregular, de pureza grau 2, e pó de uréia, usado como ligante para conferir porosidade após a sinterização. Os pós de titânio são peneirados em faixa de granulometria estreita de 125 a 210  $\mu\text{m}$  (70 a 120 mesh). O ligante pode ser recebido na forma de pós ou grânulos, que nesse caso são fragmentados para formar o pó e separados em peneira vibratória, na faixa de tamanho de 350 a 590  $\mu\text{m}$  (30 a 45 mesh).

#### **Descrição da Forma de Realização Preferida**

A Figura 1 ilustra o substrato (1) em sua forma final. Ele é fabricado utilizando as seguintes etapas:

- a) mistura de pós,
- b) compactação uniaxial,
- c) compactação isostática a frio, e
- d) sinterização à vácuo.

A mistura de pós elementares dos componentes da liga é feita na proporção estequiométrica, realizada em misturador tipo planetário. Essa mistura é então submetida à compactação por prensagem uniaxial dos cilindros a uma pressão de 40 a 50 MPa, em matriz metálica rígida,

encapsulamento em vácuo dos cilindros pré-compactados em moldes flexíveis e compactação isostática a frio com pressão na faixa de 250 a 350 MPa. Em seguida os compactados são submetidos ao tratamento de sinterização em forno com alto vácuo (melhor que  $10^{-6}$  Torr), resistência de grafite e cadinho tubular de titânio puro, em temperatura na faixa de 1400°C a 1500°C, patamar de sinterização de 1 hora e velocidade de aquecimento de 10 a 20°C/min. Após a seqüência de processamento, o substrato (1) apresenta dimensões da ordem de 5,0 – 6,0 mm de diâmetro e 13,0 – 15,0 mm de altura. A rugosidade (Ra) do substrato (1), medida em perfilômetro, é da ordem de 3,0 – 6,0  $\mu\text{m}$  e a densidade média da ordem de 95 – 99% da densidade teórica da liga. A dureza do substrato (1) é da ordem de 350 – 400 HV e sua microestrutura é composta das fases alfa ( $\alpha$ ) e beta ( $\beta$ ).

Para a fabricação do revestimento poroso (6) é utilizada a seguinte seqüência de etapas:

- a) mistura de pós,
- b) enchimento do molde,
- c) compactação isostática a frio,
- d) evaporação do ligante, e
- e) sinterização.

A mistura (2) de pós foi feita na proporção em peso de 50 a 70% de titânio e 30 a 40% de ligante, respectivamente, e realizada em misturador do tipo convectivo por tempo de 10 a 20 minutos. Para homogeneização dos pós e otimização da mistura (2) são adicionadas algumas gotas de solvente (por exemplo: acetona, éter) ao ligante antes da adição do pó de titânio. O enchimento do molde (3) é feito imediatamente após a mistura, de forma a evitar a evaporação do solvente e a aglomeração dos pós.

A Figura 2a mostra o procedimento para o enchimento da mistura de pós, onde é utilizado um molde tubular de silicone (3), que é cortado na dimensão desejada. Insere-se então uma rolha de silicone (4) em um dos lados do molde (3) que fica preso na posição vertical por meio de uma base. Primeiramente é introduzido o substrato (1) no molde (3) para facilitar a sua centralização. O substrato (1) é então inserido no centro do molde (3) e um

funil é colocado na posição superior do molde (3) por onde a mistura (2) é vazada até o preenchimento do molde (3) um pouco acima do substrato (1). Após o enchimento, o molde (3) sofre vibração por meio manual em cima de uma bancada, na posição vertical até assentar a mistura (2) e fecha-se então  
5 a outra parte do molde (3) com outra rolha de silicone (4). Este outro lado do molde (3) também sofre vibração manual na bancada para homogeneizar a distribuição da mistura (2) no seu interior. Ao final desse procedimento o conjunto (5), como mostra a Figura 2b, está pronto para a etapa de compactação.

10 Caso não seja de interesse que o revestimento seja aplicado em toda a extensão do substrato (1), aplica-se um adesivo de papel liso na superfície da parte do substrato (1) onde não se deseja o revestimento, dito adesivo sendo retirado após a compactação.

A compactação isostática a frio é feita utilizando-se a pressão na  
15 faixa de 250 a 300 MPa. Para a desmoldagem do compactado, retiram-se as rolhas (4) e corta-se o molde (3) em toda a sua extensão. Após essa etapa o compactado é pesado e medido e então é levado a uma estufa com controle de temperatura que já se encontra na temperatura na faixa de 160°C a 200°C por tempo de 1 a 2 horas para a eliminação da uréia. Após essa etapa, o  
20 compactado é pesado novamente.

A sinterização do revestimento poroso (6) é realizada em forno com alto vácuo (igual ou superior a  $10^{-6}$  Torr), resistência de grafite e cadinho tubular de titânio puro. O ciclo térmico da sinterização consiste de um aquecimento em uma velocidade da ordem de 5 a 10°C/min até a temperatura  
25 de 1200°C, patamar de sinterização de 1 hora e resfriamento lento no forno.

As amostras sinterizadas submetidas à análise química mostram resultado indicativo de que a composição química não foi alterada com o processamento, que o ligante foi completamente eliminado e que o nível de vácuo do forno foi adequado, não havendo a introdução de elementos que  
30 possam alterar as propriedades mecânicas e de biocompatibilidade do material.

A Figura 3 mostra o produto formado pelo substrato (1) com a

aplicação do revestimento poroso (6) em sua forma final (7), e, as Figuras 4a e 4b mostram a microtopografia da superfície do revestimento poroso (6), obtida por meio de microscópio eletrônico de varredura com diferentes aumentos.

5 As Figuras 5a e 5b mostram a microestrutura porosa da seção transversal do revestimento (6) e substrato (1), obtida por microscopia ótica.

As características microestruturais do revestimento poroso (6) são a ausência de linhas de descontinuidade e outros defeitos na interface substrato/revestimento, microestrutura composta de fase  $\alpha$ , poros  
10 fechados na faixa de 1 – 50  $\mu\text{m}$ , poros abertos (interconectos) na faixa de 100 – 500  $\mu\text{m}$ , fração volumétrica de poros na faixa de 40 – 80% e espessura do revestimento na faixa de 500 – 1000  $\mu\text{m}$ .

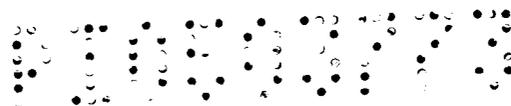
A interface entre o substrato (1) e o revestimento poroso (6) não deve possuir defeitos ou descontinuidades, apenas os poros (8) do  
15 revestimento, conforme mostrado nas Figuras 5a e 5b. Os pontos de ligação da interface devem apresentar continuidade do substrato (1) ao revestimento (6), com ligação do tipo metálica formada a partir dos pós de titânio puro e o substrato (1) de liga de titânio.

Para avaliação da resposta dos tecidos ósseos ao material  
20 implantado, foram fabricadas amostras cilíndricas porosas (9) com 3mm de diâmetro e com estrutura similar ao revestimento poroso (6). Essas amostras foram implantadas na tíbia (10) de dois coelhos brancos machos “New Zealand”, inseridos através do córtex unilateral e fixados no local firmemente e com pressão. As cirurgias foram realizadas em condições ascéticas e os  
25 animais receberam anestesia geral.

As incisões foram feitas com lamina nº 15, medindo cerca de 4 cm na região correspondente à tíbia média na posição proximal. Os sítios de  
implantação foram preparados utilizando uma furadeira eletrônica, com resfriamento de solução salina. Inicialmente foram feitos furos de 1,5 mm, que  
30 foram aumentados para 3,0 mm. Antes da colocação dos implantes os furos foram irrigados com solução salina a fim de remover partículas de osso remanescentes. Os implantes foram inseridos através do córtex unilateral e

colocados no local de forma firme através de pressão manual. Após a implantação, as membranas e camadas subcutâneas foram fechadas com suturas reabsorvíveis, a pele foi fechada com suturas de seda e aplicada solução de iodo. Os coelhos foram colocados em locais separados e alimentados com água e ração “ad libitum”.

Após 4 semanas da implantação, foram realizadas análises histológicas e o resultado para todas as amostras foi a formação de tecido ósseo novo (11) dentro da estrutura porosa, sem a ocorrência de tecido fibroso na interface osso/revestimento, conforme se observa na fotografia da seção transversal de uma das amostras implantadas, mostrada nas Figuras 6 e 7.



## REINVIDICAÇÕES

### 1. PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO COMPOSTO DE SUBSTRATO E REVESTIMENTO PARA UTILIZAÇÃO EM IMPLANTES CIRÚRGICOS

5 por meio de técnicas de metalurgia do pó **caracterizado por** compreender a combinação das etapas de fabricação do substrato (1) e do revestimento poroso (6), sendo o substrato (1) obtido pela mistura de pó de titânio puro e pós de elementos de liga para formação de substrato de liga de titânio, compactação uniaxial à pressão na faixa 40 a 50 MPa, compactação isostática a frio com pressão de 250 a 350 MPa e sinterização a vácuo na  
10 temperatura de 1400 °C a 1500 °C, por cerca de 1 hora; sendo o revestimento poroso (6) obtido pela mistura de pó de titânio puro e pó de uréia para a formação de revestimento poroso na proporção de 30 a 40%, aplicada sobre o dito substrato (1) de liga de titânio colocado no interior de um molde (3), enchimento do molde (3) contendo o substrato (1) em seu interior com a dita  
15 mistura, compactação isostática a frio com pressão de 250 a 300 MPa, eliminação da uréia em estufa mantida a uma temperatura de 160 °C a 200 °C e sinterização a vácuo na temperatura de 1200 °C por cerca de 1 hora.

### 2. PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO COMPOSTO DE SUBSTRATO E REVESTIMENTO PARA UTILIZAÇÃO EM IMPLANTES

20 **CIRÚRGICOS**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** o substrato (1) apresentar dimensões da ordem de 5,0 – 6,0 mm de diâmetro e 13,0 – 15,0 mm de altura, rugosidade (Ra) na ordem de 3,0 – 6,0 µm, densidade média de 95 a 99% da densidade teórica da liga, dureza de 350 a 400 HV e ser a microestrutura do substrato composta das fases alfa ( $\alpha$ ) e beta  
25 ( $\beta$ ).

### 3. PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO COMPOSTO DE SUBSTRATO E REVESTIMENTO PARA UTILIZAÇÃO EM IMPLANTES

**CIRÚRGICOS**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** o revestimento poroso (6) aplicado no dito substrato (1) de liga de titânio, apresentar porosidade distribuída homogeneamente ao longo do  
30 revestimento, microestrutura composta de fase alfa ( $\alpha$ ), poros fechados com tamanho na faixa de 1 a 50 µm, poros abertos e interconectos com tamanho

na faixa de 100 a 500  $\mu\text{m}$ , fração volumétrica de poros na faixa de 40 – 80% e espessura do revestimento de 500 a 1000  $\mu\text{m}$ .

5       **4. PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO COMPOSTO DE SUBSTRATO E REVESTIMENTO PARA UTILIZAÇÃO EM IMPLANTES CIRÚRGICOS**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** a interface entre o dito substrato (1) e o dito revestimento poroso (6) não conter linhas descontínuas ou defeitos.

10       **5. PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO COMPOSTO DE SUBSTRATO E REVESTIMENTO PARA UTILIZAÇÃO EM IMPLANTES CIRÚRGICOS**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** o dito revestimento poroso (6) permitir a penetração de tecidos corpóreos para formação de tecido ósseo novo (11) dentro da estrutura porosa, quando implantado em contato com tecidos vivos, e ausência de tecido fibroso na interface osso/revestimento poroso.

15       **6. PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO COMPOSTO DE SUBSTRATO E REVESTIMENTO PARA UTILIZAÇÃO EM IMPLANTES CIRÚRGICOS**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** ser o implante (7) fabricado com o formato final, sem a necessidade de usinagem e sem perda de matéria prima.

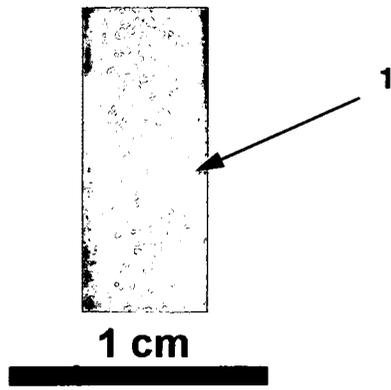


Figura 1

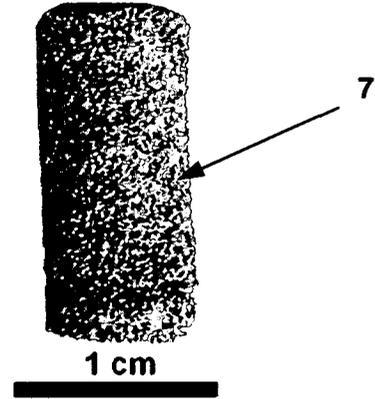


Figura 3

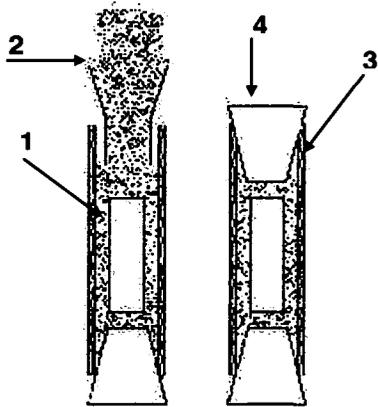


Figura 2a

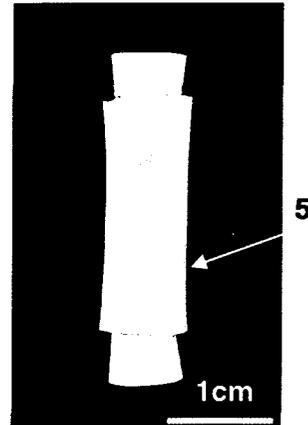


Figura 2b

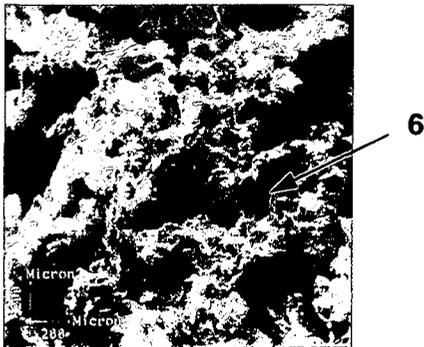


Figura 4a

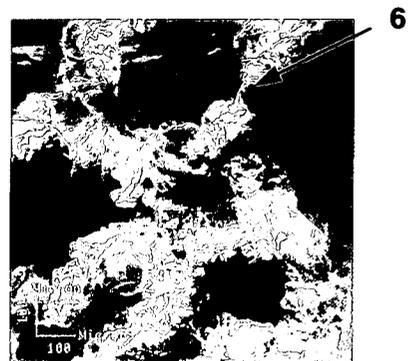


Figura 4b

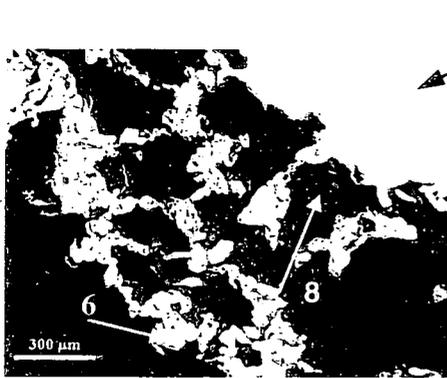


Figura 5a

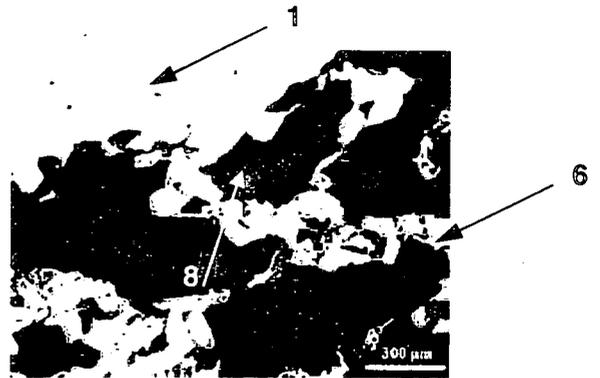


Figura 5b

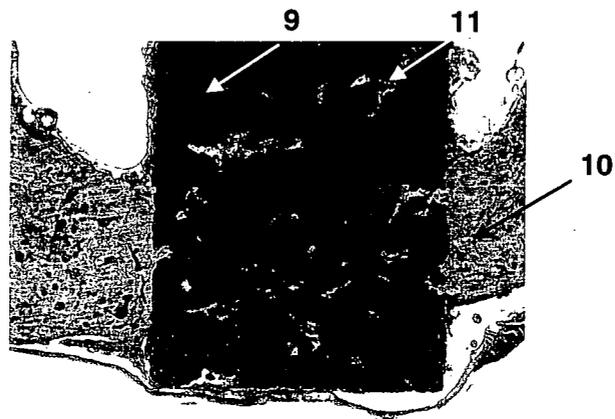


Figura 6

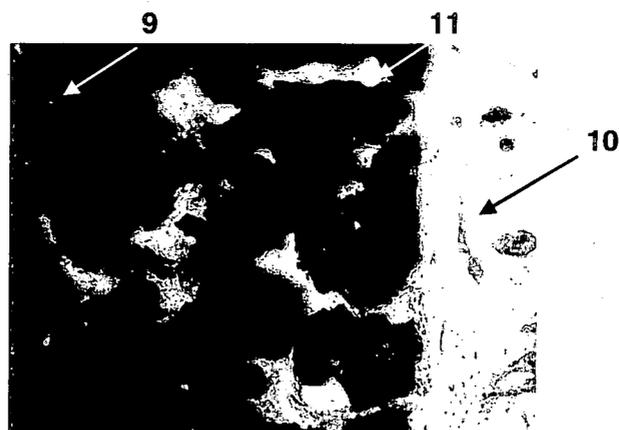


Figura 7

**RESUMO****PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE PRODUTO COMPOSTO DE SUBSTRATO E REVESTIMENTO PARA UTILIZAÇÃO EM IMPLANTES CIRÚRGICOS.**

5                   A presente invenção descreve a metodologia de processamento de pós para a fabricação de produto composto de substrato (1) de liga de titânio e revestimento poroso (6) de titânio puro, para aplicação em implantes cirúrgicos. O processamento envolve técnicas de metalurgia do pó, que visam garantir a obtenção de um substrato (1) com alta densidade e propriedades

10 mecânicas compatíveis com as solicitações impostas a implantes cirúrgicos, e um revestimento (6) com porosidade controlada, de forma a possibilitar a penetração do tecido ósseo (11) dentro dos poros, proporcionando uma melhor fixação do implante.