

DESAFIOS DE ADESÃO EM POLI(ÉTER-ÉTER-CETONA) PEEK: AVALIAÇÃO DE TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE E DESEMPENHO DE SISTEMAS ADESIVOS

LUIZA SIMÕES PIRES DA SILVA FIGUEIREDO¹; MATHEUS POLESSO PATIAS²
CARLA DAVID PEÑA³; RAFAEL GUERRA LUND⁴; MARCIO FLORIAN⁵;
EVANDRO PIVA⁶

¹Universidade Federal de Pelotas - luizasimoesf@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas - matheuspatias1999@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas - cldp58@gmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas - rglund@ufpel.edu.br

⁵Universidade Tecnológica Federal do Paraná - marcioflorian@utfpr.edu.br

⁶Universidade Federal de Pelotas - piva@ufpel.edu.br

1. INTRODUÇÃO

O Poli(éter-éter-cetona) PEEK é um polímero sintético, termoplástico e semicristalino, considerado um dos principais membros da família PAEK (MA et al., 2020). Comparado a outros polímeros termoplásticos, o PEEK apresenta desempenho superior (ÖZARSLAN, 2021). Desenvolvido no final da década de 1990, possui propriedades físicas, mecânicas e biológicas notáveis para aplicações biomédicas (KURTZ et al., 2007). Sua estrutura molecular, com núcleo aromático ligado por grupos cetona e éter, garante estabilidade química (GAO, 2021). O PEEK apresenta ponto de fusão de 343°C, baixa solubilidade em água (0,5%) e minimiza a biocorrosão, prevenindo a liberação de metais que podem causar citotoxicidade (POKORNÝ et al., 2010). Devido a essas propriedades, o PEEK tem se tornado cada vez mais relevante na medicina e odontologia, competindo com materiais como titânio e zircônia (PARATE et al., 2023). Além de sua biocompatibilidade, sua coloração semelhante à dos dentes naturais o torna ideal para implantes, pilares provisórios e próteses fixas, com propriedades mecânicas comparáveis às da dentina e esmalte, sendo, portanto, adequado para restaurações como endocrowns e inlays (PARATE et al., 2023).

Entretanto, as propriedades mecânicas do PEEK vêm acompanhadas de limitações estéticas e adesivas. Devido à sua opacidade, é frequentemente necessário revesti-lo com compósitos para melhorar a estética. Além disso, a superfície hidrofóbica e inerte do PEEK, com um ângulo de contato de 65°, representa um desafio significativo para sua aplicação em próteses fixas na odontologia (ADEM et al., 2021). Portanto, o tratamento superficial deste material para adesão permanece um desafio para os clínicos, o que justifica a investigação de protocolos de tratamentos prévios aos protocolos adesivos na odontologia. Entre as técnicas descritas na literatura encontram-se ataque ácido, tratamento de plasma, jateamento de areia, tratamento de laser e sistemas adesivos (WANG, 2022; PARATE, 2023). O objetivo deste trabalho foi verificar o efeito de diferentes tratamentos superficiais no ângulo de contato superficial e caracterizar os valores de adesão de PEEK utilizado em métodos de confecção por fresagem para aplicações em protocolos adesivos.

2. METODOLOGIA

Esta pesquisa seguiu as Diretrizes CRIS para estudos *in vitro* (KRITHIKADATTA et al., 2014). Os materiais utilizados foram PEEK *medical grade* e the LuxaCam® PEEK (DMG, Hambourg, Germany) que foi utilizado como controle.

Foram avaliadas as mudanças do ângulo de contato na superfície diante o tratamento superficial aplicado. O ângulo de contato da água formado na superfície dos materiais (n=6) foi medido com um tensiômetro óptico (Theta Lite TL101, Biolin Scientific Inc, Finlândia) com um método de gota sêssil (Padronizadas gotas de água destilada (5 µL) foram dispensadas diretamente na superfície de espécimes feitos de cada resina composta. As superfícies dos materiais foram randomizadas e tratadas previamente com ácido sulfúrico comercial 98°, lixa 600 ou sem tratamento. Imediatamente após a dispensação da gota, uma leitura dinâmica em tempo real foi feita dos ângulos de contato direito e esquerdo formados com a superfície do material. O software *One Attension* (Biolin Scientific Inc) foi usado a 20 quadros por segundo por 20 segundos. O ângulo de contato (°) foi registrado como a média entre as leituras direita e esquerda (n=3). Os dados foram avaliados quanto à normalidade utilizando o teste de Shapiro-Wilk e a homogeneidade das variâncias foi verificada. As mudanças no ângulo de contato foram analisadas por meio de ANOVA bidirecional (tratamento de superfície x material), adotando-se um nível de significância de $\alpha = 0,05$. As análises estatísticas foram realizadas no software SigmaPlot 12.0 (Systat Inc., EUA).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados da avaliação do ângulo de contato com água destilada são apresentados na Figura 1. O tratamento com ácido sulfúrico, tanto para o PEEK (grau médico) quanto para o controle, resultou em ângulos de contato baixos (cerca de 70°-75°), indicando que o ácido melhorou significativamente a molhabilidade das superfícies em comparação com os materiais sem tratamento ($p = 0,019$). No entanto, o tratamento com lixa 600 apresentou um ângulo de contato maior para o PEEK ($p = 0,022$), sugerindo que ele se tornou mais hidrofóbico (menos molhável) em relação ao controle após esse tratamento. Não foram observadas diferenças estatisticamente significativas entre os dois tratamentos.

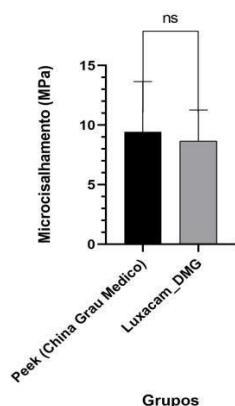


Figura 1. Representação da resistência de união alcançada por duas amostragens desse material sendo o controle uma marca comercial específica para aplicação odontológica.

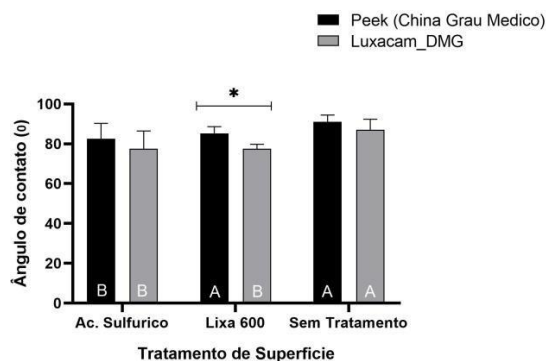


Figura 2. Representação do efeito do tratamento da superfície previamente a adesão no ângulo de contato superficial.

O LuxaCam® PEEK é um material biocompatível usado em restaurações dentárias, fabricado via CAD/CAM (BUNZ et al., 2021). Oferece alta resistência, estabilidade química e é leve, sendo uma alternativa aos metais em próteses, pilares de implantes e estruturas de coroas e pontes, com boa integração e estética natural. O tratamento padrão ouro prévio para a cimentação desses materiais é a aplicação

de ácido sulfúrico (AC et al., 2022). A corrosão com ácido sulfúrico é amplamente reconhecida como um método eficaz para aumentar a resistência de ligação, complementada pela abrasão com partículas de alumina (PIDHATIKA, et al. 2022).

Os resultados sugerem que tratamentos superficiais, como a aplicação de ácidos ou abrasivos, podem facilitar a molhabilidade ou seja aumentar a energia de superfície necessária para a adesão. Em materiais como PEEK, as alterações no ângulo de contato estão intimamente relacionadas às modificações na superfície. Estudos indicam que tratamentos que aumentam a rugosidade superficial tendem a gerar superfícies mais hidrofóbicas, resultando em ângulos de contato mais altos (PIDHATIKA, et al. 2022). No caso do lixamento, a maior rugosidade compromete a molhabilidade do material (OURAHMOUNE et al., 2014). Contrariamente, tratamentos químicos com ácido sulfúrico reduzem o ângulo de contato, aumentando a molhabilidade, sendo cruciais para melhorar a adesão e a biocompatibilidade em aplicações biomédicas.

Importante destacar que o tratamento com lixa demonstrou valores de ângulo de contato semelhante ao tratamento com ácido sulfúrico de alta concentração. Sendo essa evidência posteriormente confirmada com dados de resistência de união é algo favorável a aplicação em protocolos clínicos em consultórios odontológicos. A granulometria de uma lixa 600 acarreta topografia superficial semelhante a pontas diamantas o que pode favorecer o uso clínico em detrimento de utilização de altas concentrações de ácido que requerem capelas de exaustão e EPIs não rotineiramente usados em consultórios e laboratórios de prótese onde restaurações de PEEK são preparadas.

4. CONCLUSÕES

Os dados obtidos com base no delineamento experimental utilizado sugerem que tratamentos convencionalmente utilizados em protocolos adesivos em consultório odontológico podem ser uma alternativa ao tratamento superficial previamente a adesão em PEEK de aplicação odontológica.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

WANG, B.; HUANG, M.; DANG, P.; XIE, J.; ZHANG, X.; YAN, X. PEEK in Fixed Dental Prostheses: Application and Adhesion Improvement. **Polymers**, v.14, n.12, p.2323, 2022. doi: 10.3390/polym14122323.

MA, J.; LIANG, Q.; QIN, W.; LARTEY, P.O.; LI, Y.; FENG, X. Bioactivity of nitric acid and calcium chloride treated carbon-fibers reinforced polyetheretherketone for dental implant. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v.102, p.103497, 2020. doi: 10.1016/j.jmbbm.2019.103497.

GAO, R.; XIE, J.; YANG, J.; ZHUO, C.; FU, J.; ZHAO, P. Research on the Fused Deposition Modeling of Polyether Ether Ketone. **Polymers**, v.13, p.2344, 2021.

ADEM, N.; BAL, B.; KAZAZOĞLU, E. Comparative Study of Chemical and Mechanical Surface Treatment Effects on The Shear Bond Strength of Polyether-Ether-Ketone to Veneering Resin. **International Journal of Prosthodontics**, v.35, p.2, 2021.

DA CRUZ, M.B.; MARQUES, J.F.; PEÑARRIETA-JUANITO, G.M.; COSTA, M.; SOUZA, J.C.M.; MAGINI, R.S.; MIRANDA, G.; SILVA, F.S.; CARAMÊS, J.M.M.; DA MATA, A. Bioactive-Enhanced Polyetheretherketone Dental Implant Materials: Mechanical

Characterization and Cellular Responses. **Journal of Oral Implantology**, v.47, p.9-17, 2021.

ÖZARSLAN, M.; BÜYÜKKAPLAN, U.; ÖZARSLAN, M.M. Comparison of the fracture strength of endodontically treated teeth restored with polyether ether ketone, zirconia and glass-fibre post-core systems. **International Journal of Clinical Practice**, v.75, p.e14440, 2021.

PARATE, K.P.; NARANJE, N.; VISHNANI, R.; PAUL, P. Polyetheretherketone Material in Dentistry. **Cureus**, v.15, n.10, p.e46485, 2023.

SUPHANGUL, S.; ROKAYA, D.; KANCHANASOBHANA, C.; RUNGIYAKULL, P.; CHAIJAREENONT, P. PEEK Biomaterial in Long-Term Provisional Implant Restorations: A Review. **Journal of Functional Biomaterials**, v.13, n.2, p.33, 2022.

KURTZ, S.M.; DEVINE, J.N. PEEK biomaterials in trauma, orthopedic, and spinal implants. **Biomaterials**, v.28, p.4845-4869, 2007.

NAJEEB, S.; ZAFAR, M.S.; KHURSHID, Z.; SIDDIQUI, F. Applications of polyetheretherketone (PEEK) in oral implantology and prosthodontics. **Journal of Prosthodontic Research**, v.60, n.1, p.12-19, 2016.

POKORNÝ, D.; FULÍN, P.; SLOUF, M.; JAHODA, D.; LANDOR, I.; SOSNA, A. Polyetheretherketone (PEEK). Part II: Application in clinical practice. **Acta Chirurgiae Orthopaedicae et Traumatologiae Cechoslovaca**, v.77, p.470-478, 2010.

KRITHIKADATTA, Jogikalmat; GOPIKRISHNA, Velayutham; DATTA, Manjula. CRIS Guidelines (Checklist for Reporting In-vitro Studies): A concept note on the need for standardized guidelines for improving quality and transparency in reporting in-vitro studies in experimental dental research. **Journal of Conservative Dentistry: JCD**, v. 17, n. 4, p. 301, 2014.

BUNZ, O.; BENZ, C.I.; ARNOLD, W.H.; PIWOWARCZYK, A. Shear bond strength of veneering composite to high performance polymers. **Dental Materials Journal**, v.40, n.2, p.304-311, 2021.

C.R., A.C.; CHAVES, E.T.; SUSIN, A.H.; VALANDRO, L.F.; PEREIRA, G.K.R.; RIPPE, M.P. Surface treatments and adhesives used to increase the bond strength between polyetheretherketone and resin-based dental materials: A scoping review. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v.24, n.1, p.233-245, 2022.

OURAHMOUNE, R.; SALVIA, M.; MATHIA, T.G.; MESRATI, N. Surface morphology and wettability of sandblasted PEEK and its composites. Scanning: **The Journal of Scanning Microscopies**, v.36, n.1, p.64-75, 2014.

PIDHATIKA, B.; WIDYAYA, V.T.; NALAM, P.C.; SWASONO, Y.A.; ARDHANI, R. Surface modifications of high-performance polymer polyetheretherketone (PEEK) to improve its biological performance in dentistry. **Polymers**, v.14, n.24, p.5526, 2022.

AGRAWAL, G.; NEGI, Y.S.; PRADHAN, S.; DASH, M.; SAMAL, Y.S. Wettability and contact angle of polymeric biomaterials. In: **Characterization of Polymeric Biomaterials**, Woodhead Publishing, p.57-81, 2017.