

ANÁLISE MORFOLÓGICA DE PARTÍCULAS DE POLIETILENO DE ULTRA ALTO PESO MOLECULAR (UHMWPE) GERADOS *IN VITRO*

Saverio Affatato

Istituti Ortopedici Rizzoli, Laboratório de Materiais

affatato@tecnio.ior.it - Bologna, Emilia Romania, Itália

Beatriz Luci Fernandes

Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curso de Engenharia Mecânica

bialuci@rla01.pucpr.br – Curitiba, PR, Brasil

Aldo Toni

Università di Bologna, Clínica Ortopédica

Bologna, Emilia Romania, Itália

Antonella Tucci, Leonardo Esposito

CCB – Centro Ceramico Bologna

Bologna, Emilia Romania, Itália

Resumo. *Ensaio de desgaste são geralmente realizados em materiais utilizados em próteses implantáveis de quadril, para tentar-se entender os processos tribológicos envolvidos e melhorar a qualidade dessas próteses, diminuindo os riscos de falhas em serviço de novos materiais. Cabeças de fêmur cerâmicas feitas de uma mistura de alumina e zircônia, bem como de alumina e zircônia separadas foram ensaiadas contra acetábulo de Polietileno de Ultra Alto Peso Molecular (UHMWPE), através de um simulador de marcha que moveu-se de acordo com uma função senoidal, sob carregamento e em presença de soro bovino como lubrificante. Os debris coletados durante o ensaio foram isolados do soro bovino através de um método simples utilizando-se solução de KOH. As partículas isoladas foram estudadas através de um microscópio eletrônico de varredura (MEV). Foi possível visualizar-se a morfologia das partículas de UHMWPE e chegar-se a conclusões de formas e tamanhos das partículas em função dos materiais utilizados.*

Palavras-chave: *Partículas de UHMWPE, Análise de debris, Cerâmicas com zircônia*

1. INTRODUÇÃO

Atualmente, implantes totais de quadril são considerados os procedimentos cirúrgicos de maior sucesso. Este sucesso é, em parte, devido aos consideráveis aprimoramentos nos projetos e, em parte, na utilização de novos materiais caracterizados pela inércia química, biocompatibilidade e alta resistência ao desgaste.

Apesar da alta qualidade das próteses de quadril, o problema de acumulação de resíduos de desgaste nas proximidades da junta continua. Atualmente, existem vários métodos para

análise da resposta do organismo a um corpo estranho (de resíduos de desgaste) e para a determinação do volume e morfologia dos debrís produzidos quando dois diferentes materiais movimentam-se um contra o outro na prótese, durante o desenvolvimento da marcha. Esta informação representa uma etapa importante para prever-se o comportamento do organismo na presença de partículas estranhas, Revell *et al.* (1997).

Polietileno de Ultra Alto Peso Molecular (UHMWPE) é um polímero orgânico largamente utilizado como componente acetabular em próteses totais de quadril, base da tíbia em próteses de joelhos e em base de próteses de ombros. Este material possui baixo coeficiente de fricção e baixa taxa de produção de debrís, boas propriedades mecânicas, biocompatibilidade e estabilidade no corpo humano, o que o faz ideal como biomaterial para a construção de próteses, Farrar & Brain (1997).

Um método válido para prever o comportamento tribológico de um par de materiais em uma prótese de quadril envolve ensaio em um simulador de marcha, Mejia & Brierley (1994), Brummitt & Hardaker (1996) e Clarke *et al.* (1997). Neste ensaio, o volume de debrís pode ser determinado e as partículas podem ser isoladas do lubrificante para análise de sua morfologia e tamanho, permitindo, desta forma, o entendimento das reações dos tecidos adjacentes à prótese.

O lubrificante geralmente utilizado em simuladores de marcha é o serum bovino, devido às dificuldades em conseguir-se o líquido sinovial. O serum bovino reproduz clinicamente os mecanismos de formação de debrís em próteses totais de quadril, Wang *et al.* (1996).

Uma das formas de analisar-se o mecanismo de desgaste em um sistema mecânico é estudar as superfícies dos sólidos que estiveram em contato, o que pode levar a conclusões não muito precisas, pois superfícies que sofreram desgaste abrasivo formam trilhas que se assemelham às superfícies que sofreram desgaste adesivo.

A grande vantagem na análise de debrís é que a avaliação do desgaste no sistema pode ser feita quando o mesmo não está operando ou quando houve falha e os sistema está impossibilitado de operar.

O objetivo deste trabalho foi examinar as classes de partículas formadas pelos conjuntos: cabeça de fêmur de cerâmica com quatro composições químicas diferentes e acetábulos de UHMWPE.

As partículas de UHMWPE, produzidas durante ensaio em um simulador de marcha e isoladas do serum bovino, foram analisadas através de um microscópio eletrônica de varredura (MEV) a fim de verificar-se como as propriedades mecânicas dos conjuntos influenciaram a formação de partículas mais ou menos prejudiciais ao bom funcionamento das juntas. Difração de raios-X (Noran, USA) foi utilizada para analisar cada partícula estudada, a fim de confirmar sua composição e garantir que pertenciam aos conjuntos sendo analisados.

As informações obtidas neste trabalho poderão ter implicações futuras para o desenvolvimento de novas próteses, tanto em relação ao projeto, como aos materiais utilizados.

2. MATERIAIS E METODOLOGIA

Doze acetábulos de UHMWPE com 32 mm diâmetro interno e 44 mm de diâmetro externo (Officine Ortopediche Rizzoli - Bologna, Italy) foram ensaiados contra doze cabeças de fêmur de alumina, zircônia e uma mistura das duas cerâmicas, especialmente confeccionadas para este experimento. As composições e propriedades dos materiais são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição, dureza e módulo elástico dos materiais utilizados.

Material	Dureza (GPa)	Módulo Elástico (GPa)	Composição
A ^{**}	20 HV	380	Al ₂ O ₃
60Z [*]	15,1 HV	285	3% mol. Y ₂ O ₃ -ZrO ₂ +40% em peso Al ₂ O ₃
80Z [*]	15,3 HV	259	3% mol. Y ₂ O ₃ -ZrO ₂ +80% em peso Al ₂ O ₃
Z [*]	13,3 HV	205	3% mol. Y ₂ O ₃ -ZrO ₂

*Valores fornecidos pelos fabricantes (Centro Cerâmico Bologna e FN S.p.A)

** Früh and Willmann (1998).

A alumina (A), a zircônia (Z) e as duas misturas experimentais de óxidos (60Z e 80Z) das cabeças de fêmur foram as mesmas utilizadas em trabalho anterior, Affatato *et al.* (1999). O processo de manufatura das cabeças de fêmur de mistura de cerâmicas foi desenvolvido pelo Centro Ceramico (Bologna-Italy) e pela FN S.p.A. (Bosco Marengo- Italy), Salomoni *et al.* (1994) e EUREKA PROJECT (1997).

O ensaio de desgaste foi realizado em um simulador de marcha de doze estações (Shore Western, U.S.A.) de acordo com os procedimentos mostrados em trabalho anterior, Affatato *et al.* (1999), com carregamento de perfil senoidal com pico de magnitude de 2024 N e frequência de 1 Hz. Em intervalos regulares de 500.000 ciclos, o lubrificante (serum bovino) foi coletado, envasado e preservado em temperatura de -20°C. O ensaio durou 5.000.000 ciclos representando um acompanhamento clínico de cinco anos, Saikko *et al.* (1993).

Muitos autores têm estudados técnicas para destruir materiais orgânicos presentes no serum bovino sem atacar as partículas de polietileno presentes, Manley (1994), Amstutz *et al.* (1992), Lerouge *et al.* (1997) e Cooper *et al.* (1992). Neste trabalho, um procedimento foi desenvolvido para isolamento das partículas de UHMWPE do serum bovino, utilizando-se soluções de KOH e etanol. A solução resultante foi facilmente filtrada em um sistema de baixo vácuo, através de um filtro de nylon de 0.2 µm.

Amostras obtidas de cada um dos filtros foram examinadas em MEV. Cada partícula foi analisada utilizando-se um espectrofotômetro de raios-X (Noran, USA), de forma a excluir-se partículas estranhas provenientes de contaminação das amostras e assegurando-se, desta forma, a análise de partículas de UHMWPE somente.

3. RESULTADOS

No presente trabalho, as observações microscópicas das partículas coletadas mostraram que, independente dos pares de materiais ensaiados, a variação de tamanhos foi muito grande, desde partículas submicroscópicas, as mais numerosas, a centenas de micra. As partículas submicroscópicas estiveram sempre relacionadas à fortes aglomerados tanto arredondados como alongados.

Com as cabeças de zircônia, partículas arredondadas de UHMWPE foram encontradas, essencialmente formadas de aglomerados de partículas microscópicas e submicroscópicas de aproximadamente 0,3µm como mostra a Fig. 1a e partículas fibrosas como na Fig. 1b.

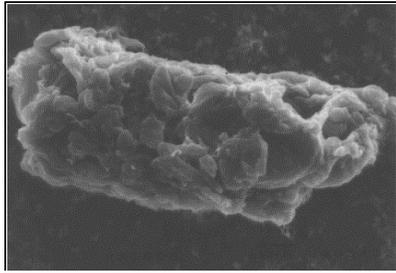


Figura 1a - UHMWPE (UHMWPE-Z).

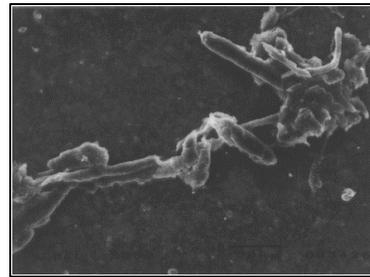


Figura 1b - UHMWPE (UHMWPE-Z).

As partículas provenientes do conjunto UHMWPE-80Z apresentaram-se mais alongadas (200-300 μm de comprimento), Fig. 2a, e sempre formadas de aglomerados de partículas achatadas. Muitas partículas arredondadas com aproximadamente 6 μm de diâmetro, Fig. 2b, cercadas de partículas menores (cerca de 0,2 μm), também estiveram presentes. Muito poucas partículas apresentaram-se grandes com cerca de 90 μm de diâmetro, Fig. 2c. Foram muito raros os fragmentos de material cerâmico, Fig. 2d.

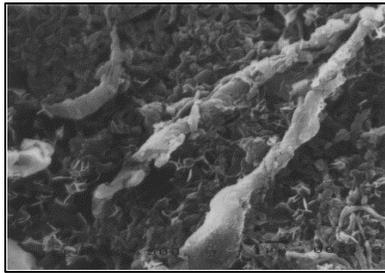


Figura 2a - UHMWPE (UHMWPE-80Z)

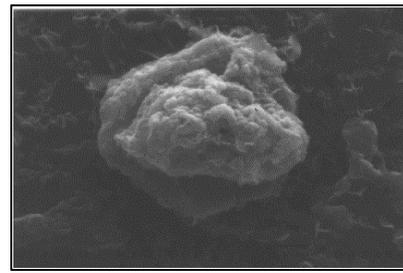


Figura 2b - UHMWPE (UHMWPE-80Z)

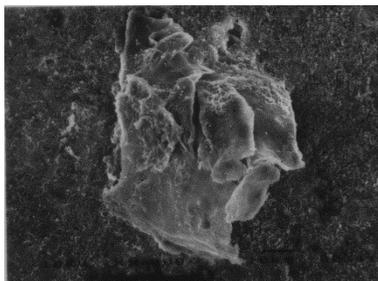


Figura 2c - UHMWPE (UHMWPE-80Z)

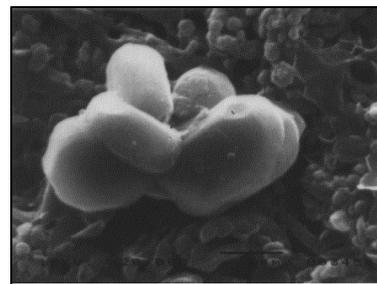


Figura 2d - Cerâmica (UHMWPE-80Z)

No sistema UHMWPE-60Z, as partículas apresentaram-se no formato de finas placas em uma faixa de 10 a 15 μm , levemente curvadas e torcidas, Fig. 3a e Fig. 3b. Aglomerados de pequenas partículas, assim como a presença de partículas cerâmicas foram muito mais raras do que nos casos anteriores.

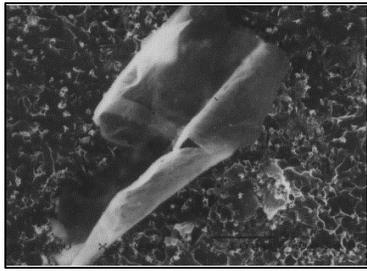


Figura 3a - UHMWPE (UHMWPE-60Z)

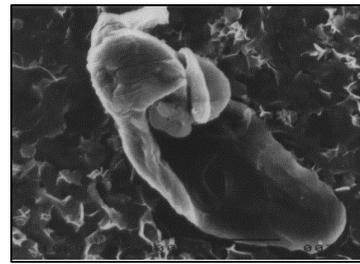


Figura 3b - UHMWPE (UHMWPE-60Z)

O conjunto UHMWPE-A apresentou partículas em forma de flocos finos, cerca de $100\mu\text{m}$, Fig. 4a e 4b.

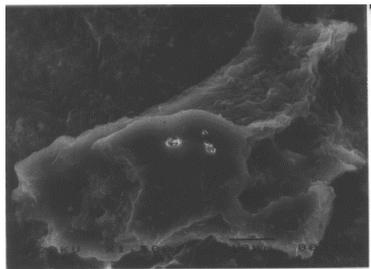


Figura 4a - UHMWPE (UHMWPE-A)

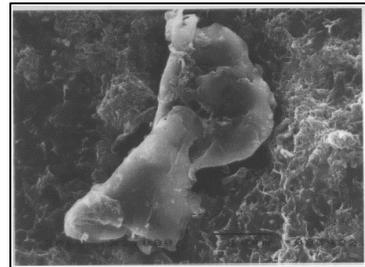


Figura 4b - UHMWPE (UHMWPE-A)

Algumas partículas alongadas, Fig. 4c, formadas por partículas submicroscópicas (cerca de $0,2\mu\text{m}$), foram encontradas, além de outras levemente retorcidas e compactadas, cercadas de partículas menores Fig.4d.

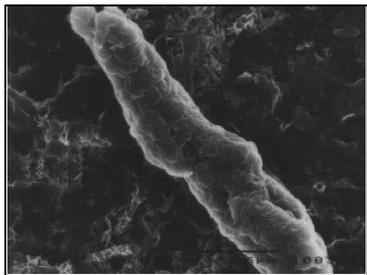


Figura 4c - UHMWPE (UHMWPE-A)

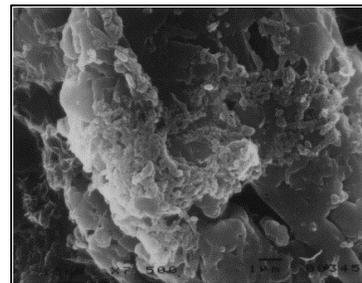


Figura 4d - UHMWPE (UHMWPE-A)

4. DISCUSSÃO

Embora o volume de partículas de UHMWPE seja um importante parâmetro associado à falha das próteses, Kabo *et al.* (1993) e Revell *et al.* (1978), o número de partículas, juntamente com o seu tamanho, forma e características químicas são responsáveis por determinar a resposta macrofágica, levando ou não à necrose celular.

Sabe-se que o tamanho das partículas determina a natureza da resposta celular, embora os mecanismos que levam a esta resposta não estejam ainda bem esclarecidos, Campbell *et al.* (1996). As partículas grandes são cercadas por células gigantes, enquanto que as pequenas são ingeridas por macrófagos e provocam uma resposta inflamatória, resultando em falha na fixação da prótese, Manley (1994) e Amstutz *et al.* (1992).

Normalmente, duas diferentes faixas de tamanho de partículas geradas *in vivo* são mencionadas na literatura: submicroscópicas e entre 10 e 100 μm , Hailey *et al.* (1996). Tem sido mencionada a reabsorção óssea causada por partículas UHMWPE na faixa de 20 a 200 μm com formação de macrófagos e células gigantes em ratos, Lerouge *et al.* (1997). Partículas muito pequenas, a ponto de não serem fagocitadas pelos macrófagos, também contribuirão para a perda de próteses, porém quando ocorrem em grande número, Cooper *et al.* (1992).

Partículas com formatos de flocos foram encontradas em todos os filtros. A única diferença entre os pares foi o tamanho desses flocos. Sob condições de carregamento dinâmico, podem ser geradas trincas superficiais nas áreas de grande tensão do acetábulo. A alumina pura tem uma mais alta dureza e módulo de elasticidade do que as outras cerâmicas ensaiadas e, portanto, o componente acetabular do par foi submetido a consideráveis tensões, determinando o destacamento de camadas finas do polietileno.

Notou-se que, à medida em que o conteúdo de alumina diminui, as partículas tornam-se mais alongadas. Este fato é especialmente notado no par UHMWPE-Z, onde a maior parte dos debrís foram encontrados na forma enrolada com aproximadamente 50 μm de comprimento, derivados de partículas em forma de flocos deformadas.

Este comportamento pode ser atribuído à diferente natureza dos materiais cerâmicos e, em particular, à baixa dureza e módulo de elasticidade da zircônia, em relação às demais. Uma vez gerados, os debrís em forma de placas são amassados entre as superfícies em movimento, e posteriormente torcidos e altamente deformados. O aumento no conteúdo de zircônia favorece o aparecimento de partículas de UHMWPE retorcidas, enquanto que altos conteúdos de alumina resultam no aparecimento de partículas achatadas, típicas de desgaste em sistemas onde um material muito duro em movimento contra um material dútil.

Adicionalmente, partículas cerâmicas foram encontradas nos debrís de alguns pares. Embora todas as cabeças de fêmur ensaiadas tivessem uma superfície lisa, com uma rugosidade $R_a < 0.04 \mu\text{m}$, as formadas com as misturas cerâmicas, 80Z and 60Z, foram caracterizadas por valores de esfericidade fora das tolerâncias estabelecidas, Shanbhag *et al.* (1994), o que pode ter determinado a produção de partículas cerâmicas durante o ensaio, devido à problemas de encaixe das partes dos pares. Estes tipos de partículas são perigosas, pois comportam-se como material abrasivo com o contínuo movimento relativo entre as partes.

As partículas submicroscópicas (abaixo de 10 μm) dos debrís encontrados em todos os filtros estiveram sempre agregadas em blocos e nunca na forma de partículas individuais. No entanto, não está bem claro se esses aglomerados foram formados durante o processo de isolamento ou durante o ensaio.

Verificou-se as seguintes faixas de tamanho de partículas nos conjuntos analisados: UHMWPE-Z (0,3 μm -15 μm), UHMWPE-80Z (6 μm -300 μm), UHMWPE-60Z (10 μm -15 μm), UHMWPE-A (0,2 μm -100 μm).

Embora não tenha sido analisada a porcentagem de ocorrência dessas partículas, pode-se concluir que, de acordo com estudos anteriores, Lerouge *et al.* (1997), os pares que mais favorecem um bom desempenho da prótese são o UHMWPE-Z e o UHMWPE-60Z. A porcentagem de Zircônia, que apresenta menor dureza em conjunto com o menor módulo elástico e, portanto, valores mais próximos do UHMWPE, favorece o aparecimento de partículas menores mais facilmente fagocitadas e levadas para longe da região de contato das partes da prótese. Este processo evita a concentração de debrís nas juntas, o que acarretaria um desgaste mais pronunciado seguido de uma reação inflamatória importante e perda da prótese.

A comparação desses resultados com resultados de trabalho anterior, Affatato *et al.* (1999), onde o volume de partículas foi analisado, faz-se necessária para confirmação das

vantagens na utilização da zircônia em relação à alumina em cabeça de fêmur de próteses ortopédicas de quadril, quando em conjunto com acetábulo de UHMWPE.

5. CONCLUSÕES

Neste trabalho foram analisados debrís gerados por pares de acetábulo UHMWPE e diferentes cabeças de fêmur cerâmicas, montadas em um simulador de marcha em presença de soro bovino como lubrificante. Com base nos resultados experimentais obtidos, as seguintes conclusões puderam ser tiradas:

- A análise morfológica das partículas extraídas do ensaio após os processos de isolamento e filtragem mostraram uma larga faixa de tamanho de partículas devido às diferenças em mecanismos de desgaste atuando nos pares. No entanto, a maioria das partículas apresentaram-se como aglomerados de partículas submicroscópicas.
- A morfologia das partículas pouco contribuiu para as conclusões sobre o melhor conjunto, visto que todos apresentaram praticamente o mesmo tipo de partículas. No entanto, existiu uma maior tendência na formação de debrís em forma de placas finas para os conjuntos com cabeça de fêmur com maior concentração de zircônia, típico de desgaste adesivo, que não é tão prejudicial quanto o abrasivo, mostrando um melhor desempenho deste tipo de material, no sistema analisado.
- A porcentagem de zircônia, que apresenta menor dureza e menor módulo elástico e, portanto, valores mais próximos do UHMWPE, favorece o aparecimento de partículas menores, mais facilmente fagocitadas e levadas para longe da região de contato das partes da prótese. Este é um fator importante para a preservação da funcionalidade da prótese.
- Conclusões mais precisas podem ser extraídas através da análise dos resultados aqui apresentados em conjunto com o volume de partículas formadas em cada conjunto.
- A grande faixa de tamanho de partículas mostra a complexidade do sistema e a necessidade de reavaliar-se o desempenho de cada conjunto separadamente com um maior número de amostras.

Agradecimentos

Este trabalho constituiu parte do projeto de pesquisa europeu EUREKA EU-294 “Biomaterials for alloplastic implants”.

REFERÊNCIAS

- Affatato, S., Testoni, M., Cacciari, G.L. and Toni, A., 1999, Mixed oxides prosthetic ceramic ball heads. Part I: effect of the ZrO₂ fraction on the wear of ceramic on ceramic joints, *Biomaterials*, vol. 20, pp. 971-975.
- Amstutz, H.C., Campbell, P., Kossovsky, N. and Clarke, I.C., 1992, Mechanism and clinical significance of wear debris-induced osteolysis, *Clin Orthop*, vol. 276, pp. 7-19.
- Brummitt, K. and Hardaker, C.S., 1996, Estimation of Wear in Total Hip Replacement Using a Ten Station Hip Simulator., *Proc Inst Mech Eng*, vol. 210-H, pp. 187-190.
- Campbell, P., Doorn, P., Dorey, F. and Amstutz, H.C., 1996, Wear and morphology of ultra-high molecular weight polyethylene wear particles from total hip replacements, *Proc Inst Mech Eng*, vol. 210-H, n. 3, pp. 167-174.
- Clarke, I.C., Good, V., Anissian, L., Gustafson, A., 1997, Charnley wear model for validation of hip simulators-ball diameter versus polytetrafluoroethylene and polyethylene wear., *Proc Inst Mech Eng*, vol. 211-H, n. 1, pp. 25-36.

- Cooper, J.R., Dowson, D., Fisher, J., Isaac, G.H. and Wroblewski, B.M., 1992, Observation of residual sub-surface shear strain in the ultrahigh molecular weight polyethylene, in "Wear particles: from the cradle to the grave", Tribology series 21, Elsevier Amsterdam.
- EUREKA PROJECT "EU-294", 1997, Final Report, Medical Materials (Biomaterials).
- Farrar, D.F. and Brain, A.A., 1997, The microstructure of ultra-high molecular weight polyethylene used in total joint replacements, Biomaterials, vol. 18, pp. 1677-1685.
- Früh, H. J. and Willmann, G., 1998, Tribological investigations of the wear couple alumina-CFRP for total hip replacement, Biomaterials, vol. 19, pp. 1145-1150.
- Hailey, J. L., Ingham, E., Stone, M., Wroblewski, B. M. and Fisher, J., 1996, Ultra-high molecular weight polyethylene wear debris generated in vivo and in laboratory tests: the influence of counterface roughness, Proc Inst Mech Eng, vol. 210-H, pp.3-10.
- Kabo, J.M., Gebhard, J.S., Loren, G. and Amstutz, H.C., 1993, In vivo wear of polyethylene acetabular components., J Bone Joint Surg Br, vol. 75, n. 2, pp. 254-258.
- Lerouge, S., Huk, O., Yahia, L-H, Witvoet, J. and Sedel, L., 1997, Ceramic-ceramic and metal-polyethylene total hip replacements: comparison of pseudomembranes after loosening, J Bone Joint Surg Br, vol. 79, n. 1, pp. 135-139.
- Manley, M.T., 1994, Wear debris - An environmental issue in total joint replacement, Clin Orthop, vol. 298, pp. 137-146.
- Mejia L.C. and Brierley T.J., 1994, A Hip Wear Simulator for the Evaluation of Biomaterials in Hip Arthroplasty Components, Biomed Mater Eng, vol. 4, pp. 259-271.
- Revell, P.A., Saffar, N.A.L. and Kobayashi, A., 1997, Biological reaction to debris in relation to joint prostheses, Proc Inst Mech Eng, vol. 211-H, pp. 187-197.
- Revell, P.A., Weightman, B., Freeman, M.A and Roberts, B.V., 1978, The production and biology of polyethylene wear debris, Arch Orthop Trauma Surg, vol. 91, n. 3, pp. 167-181.
- Saikko, V.O., Paavolainen, P. O. and Slatis, P., 1993, Wear of the polyethylene acetabular cup: metallic and ceramic heads compared in a hip simulator, Acta Orthop Scand, vol. 64, n. 4, pp. 391-402.
- Salomoni, Tucci, A., Esposito, L. and Stamenkovic, I., 1994, Forming and sintering of multiphase bioceramics, Journal of Materials Science: Materials in Medicine, vol. 5, pp. 651-653.
- Shanbhag, S., Jacobs, J. J., Glant, T.T., Gilbert, J.L., Black, J. and Galante, J.O., 1994, Composition and morphology of wear debris in failed uncemented total hip arthroplasty, J Bone Joint Surg Br, vol. 76, pp. 60-678.
- Wang, A., Essner, A., Stark, C. and Dumbleton, J.H., 1996, Comparison of the size morphology of UHMWPE wear debris under serum and water lubricated conditions, Biomaterials, vol. 17, pp. 865-871.

ISOLATION AND MORPHOLOGICAL CHARACTERISATION OF UHMWPE WEAR DEBRIS GENERATED *IN VITRO*

Abstract. *Wear tests are generally carried out on materials used in prosthetic hip implants, in order to obtain a better understanding of the tribological processes involved and improve the quality control of joint prostheses, directed towards reducing the risk of implant failure of innovative prostheses. Ceramic femoral heads of mixed alumina-zirconia oxides as well as zirconia and alumina single oxide heads were tested against UHMWPE acetabular cups in a hip joint simulator. Polyethylene cups and ceramic femoral heads were mounted in a simulator apparatus moving according to a sinusoidal function, under load and in the presence of bovine calf serum as lubricant. Wear particles were isolated from the bovine calf serum collected during the wear tests. The isolated particles were studied using scanning*

electron microscopy (SEM). It was possible to visualize the morphologies of the polyethylene debris and to conclude about the considerable differences, both in size and shape of the particles, as a function of the coupled head material.

Keywords: *UHMWPE wear debris, debris analysis, zirconia based ceramics.*