

Rugosidade dos implantes dentários: análise comparativa da reutilização de ácidos no tratamento de superfície

Roughness of dental implants: comparative analysis of reuse of acids in surface treatment

Giovanna Nascimento MENDES^{a*}, Wilton Mitsunari TAKESHITA^b,
Cleverson Luciano TRENTO^a

^aUFS – Universidade Federal de Sergipe, Departamento de Odontologia, Aracaju, SE, Brasil

^bUNESP – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Departamento de Diagnostico e Cirurgia, Araçatuba, SP, Brasil

Como citar: Mendes GN, Takeshita WM, Trento CL. Rugosidade dos implantes dentários: análise comparativa da reutilização de ácidos no tratamento de superfície. Rev Odontol UNESP. 2023;52:e20230021. <https://doi.org/10.1590/1807-2577.02123>

Resumo

Introdução: A importância da rugosidade para a osseointegração se dá pela correlação das interações das proteínas com a superfície do implante, a adsorção. Diferentes métodos são utilizados nos tratamentos de superfície, em que ocorre a remoção de partes da camada superficial, como o ataque ácido. **Objetivo:** Analisar as alterações de rugosidade na superfície dos implantes osseointegrados tratadas por duplo ataque ácido com uso único e até quatro reutilizações dos ácidos. **Material e método:** As amostras de implantes dentários de liga de titânio (SINGULAR Implants®) (n = 10) foram subdivididas em cinco grupos: controle, tratamento 1, 2, 3 e 4, conforme as reutilizações dos ácidos. As capturas dos implantes no aumento de 500x, 1000x, 2000x e 4000x foram realizadas no microscópio eletrônico de varredura, para posterior análise de rugosidade pelo software ImageJ. Os valores de Ra e Rq foram analisados estatisticamente pelo teste ANOVA e o pós-teste de Tukey. **Resultado:** Os dados obtidos pelas imagens capturadas e pelos números de Ra e Rq adquiridos pelo ImageJ demonstraram que o tratamento com o duplo ataque ácido com cinco utilizações dos mesmos ácidos foi positivo para o tratamento de superfície do implante de liga de titânio. **Conclusão:** Pode-se concluir que até quatro reutilizações dos ácidos não interferiu estatisticamente nos valores de rugosidade em diferentes aumentos. São necessários mais estudos referentes à reutilização dos ácidos, contribuindo para a diminuição dos custos aos fabricantes, aumentando a sustentabilidade e mantendo-se a qualidade do produto.

Descritores: Propriedades de superfície; implantes dentários; indústria metalúrgica.

Abstract

Introduction: The importance of roughness for osseointegration is due to the configuration of proteins with the surface of the implant, and adsorption. Different methods are used in surface treatments, in which parts of the surface layer are removed, such as acid attack. **Objective:** To analyze changes in roughness on the surface of osseointegrated implants treated by double acid etching with single-use and up to 4 reuses of serums at a magnification of 500x, 1000x, 2000x, and 4000x in the scanning microscope (SEM). **Method:** Samples of adherent implants (SINGULAR Implants®) of lever alloy (n=10) were subdivided into 5 groups: control, treatment 1, 2, 3, and 4, according to the reuses. For the surface topography of the samples, SEM was used, followed by analysis by ImageJ software. Using the ANOVA test and Turkeys post-test, Ra and Rq values were statistically analyzed. **Result:** The data obtained both by the images captured in the SEM and by the Ra and Rq numbers acquired by the ImageJ illustrate that the treatment with the double acid attack with 5 uses of the same ones served, was positive for the surface treatment of the alloy implant of independent. **Conclusion:** It can be concluded that up to four reuses of food do not statistically interfere with roughness values. More studies are needed regarding the reuse of acids, certainly to reduce costs to manufacturers, increasing sustainability while maintaining product quality.

Descriptors: Surface properties; dental implants; metalmechanic industry.



INTRODUÇÃO

A caracterização de superfície de um material ocorre de duas maneiras: por meio de ondulações, que são as irregularidades macrogeométricas deixadas no material durante o processo de fabricação, e pela rugosidade superficial (RS), que se refere às microirregularidades adquiridas no processo de caracterização do material¹. A RS é essencialmente quantificada através de parâmetros relacionados à amplitude (altura) e ao espaçamento (largura) dessas microirregularidades^{1,2}.

Existe uma correlação entre a RS de implantes dentários e a osseointegração, pois a morfologia influencia as interações celulares com a superfície do implante recém-implantado^{1,2}. Nos implantes dentários, a RS é quantificada na escala micrométrica. Essa RS é resultante do processo de fabricação (usinagem/fresagem), podendo adquirir dimensões inadequadas e um padrão circular, e após o tratamento da superfície, a rugosidade torna-se micrométrica, qualificada para a osseointegração^{3,4}.

A importância da rugosidade para a osseointegração se dá pela correlação das interações das proteínas com a superfície do implante, a adsorção. A proporção da rugosidade deve possuir características adequadas para selecionar os tipos de proteínas que ficarão aderidas e as mensagens que serão transmitidas para as células durante a osseointegração⁵. Para tanto, diferentes métodos são utilizados nos tratamentos de superfície. Existem dois grandes grupos de tratamento, o método de adição, que é uma técnica de acréscimo na superfície de algum material, ou o método de subtração, em que ocorre a remoção de partes da camada superficial, como o ataque ácido⁶.

Após o processo de tratamento de superfícies, estas podem ser classificadas em superfícies usinadas/maquinadas, macrotextrurizadas, microtetrurizadas, nanotetrurizadas e biomiméticas. As superfícies que são submetidas ao tratamento de ataque ácido são consideradas microtetrurizadas. Para esse método, três fatores são essenciais para determinar a qualidade da superfície: a concentração do ácido, o tempo de exposição e a temperatura^{7,8}. No entanto, poucos estudos têm investigado a reutilização dos ácidos utilizados nesse processo, já que o atual protocolo recomenda uso único dos ácidos por lotes de implantes. Portanto, o presente estudo é de extrema importância para o avanço da osseointegração no futuro, considerando a reutilização dos ácidos para caracterização da RS dos implantes dentários, contribuindo tanto para a economia das fábricas como para a sustentabilidade.

O referido estudo tem como objetivo analisar as alterações nas superfícies dos implantes osseointegrados tratadas pelo método de subtração por duplo ataque ácido, comparando a superfície do grupo controle (uso único) e após reutilizar os ácidos por quatro vezes, por meio da análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV).

MATERIAL E MÉTODO

Caracterização das amostras

As amostras de implantes dentários (SINGULAR Implants[®]) de liga de titânio (n = 10) foram subdivididas em cinco grupos, as amostras receberam o protocolo de tratamento de superfície de fábrica. Caracterizadas da seguinte forma: para o grupo controle os implantes foram acomodados em uma cuba e embebidos na solução de ácido sulfúrico 30%, a cuba foi adicionada a uma lavadora ultrassônica contendo água pré-aquecida a 60 ± 7 °C, por 120 minutos, após esse período foram lavados em água corrente. Ao concluir a primeira etapa, os implantes foram inseridos em béqueres contendo solução de ácido nítrico a 30% e fixados em uma lavadora ultrassônica contendo água destilada a 60 ± 7 °C, por 30 minutos, terminado o processo os implantes foram

levados para a estufa a 60 ± 7 °C por 90 minutos após lavagem com água destilada. Todas essas etapas foram repetidas nas seguintes amostras, utilizando os mesmos ácidos; na amostra 1 foi a primeira reutilização (grupo tratamento 1), na amostra 2 a segunda reutilização (grupo tratamento 2), na amostra 3 a terceira reutilização (grupo tratamento 3) e na amostra 4 a quarta reutilização dos ácidos (grupo tratamento 4).

Análise das superfícies dos implantes

A topografia superficial das amostras de controle e das amostras de tratamento 1, 2, 3 e 4 foi analisada para identificar as propriedades físicas dos implantes pelo MEV, utilizando um microscópio eletrônico de bancada da marca JEOL JSM-6510LV (JEOL USA, Inc). As amostras do grupo controle e dos grupos de tratamento foram fixadas em base metálica e fotografadas com uma ampliação de 500x, 1000x, 2000x, e 4000x nas regiões de ápice, meio e pescoço.

Foi utilizado o Software ImageJ®, um programa de processamento de imagem Java de domínio público, desenvolvido pelo Instituto Nacional de Saúde (NIH), EUA. Possui versões para download para Windows, Mac OS, Mac OS X e Linux. Realiza cálculos estatísticos de área e valor de pixel, podendo criar histogramas de densidade e gráficos de perfil de linha, conforme a calibração espacial definida pelo usuário, selecionada em micrômetros⁹. Realiza análises de capturas de microscópios, podendo caracterizar a superfície da imagem, contagem de células, dimensões em diversas medidas internacionais, uma ferramenta já utilizada na biotecnologia¹⁰.

A versão do programa de processamento de imagens científicas utilizada foi v1.54d, instalado o *plugin* de cálculo de rugosidade *SurfaceJ*, para analisar as imagens e calcular a média de rugosidade (Ra) e raiz quadrada média (Rq) de todas as imagens do MEV, como apresentado na Figura 1 e na Figura 2. Também foi utilizada a ferramenta de imagem 3D, Surface Plot para a topografia da superfície.

Antes da análise foi necessário o tratamento de imagem – utilizou-se o filtro de mediana, o qual calcula a mediana dos valores dos pixels da imagem em uma determinada área para remover ruídos. Após o preparo da imagem, foi ajustada a escala de pixel para micrômetros (μm), a medida das imagens do MEV. Para a análise de rugosidade foi traçado uma linha diagonal nas duas extremidades da imagem e foi utilizado no processamento da imagem o comprimento de amostragem de 90 μm para 500x, de 40 μm para 1000x, de 20 μm para 2000x e 10,0 μm para 4000x. Nivelando assim as medidas de superfície conforme a ampliação da imagem do MEV para todas as amostras.

Análise estatística

Após a obtenção dos valores de Ra e Rq pelo software ImageJ, esses dados foram exportados em planilhas, com subdivisões de zoom, por grupos controle e grupos de tratamentos, desconsiderando as regiões dos implantes fotografadas. Para a medida Ra e Rq, com nível de significância ($p < 0.05$), aplicando o teste ANOVA e o pós-teste de Tukey.

RESULTADO

Mesmo antes da análise das imagens pelo ImageJ, é possível perceber semelhança entre as amostras em diferentes zooms, captados pelo MEV, como ilustra a Figura 1 e nas reproduções 3D da Surface Plot na Figura 2. O processamento das imagens pelo ImageJ, para as medidas Ra e Rq, aplicando o teste ANOVA, está apresentado nas Figuras 3 e 4.

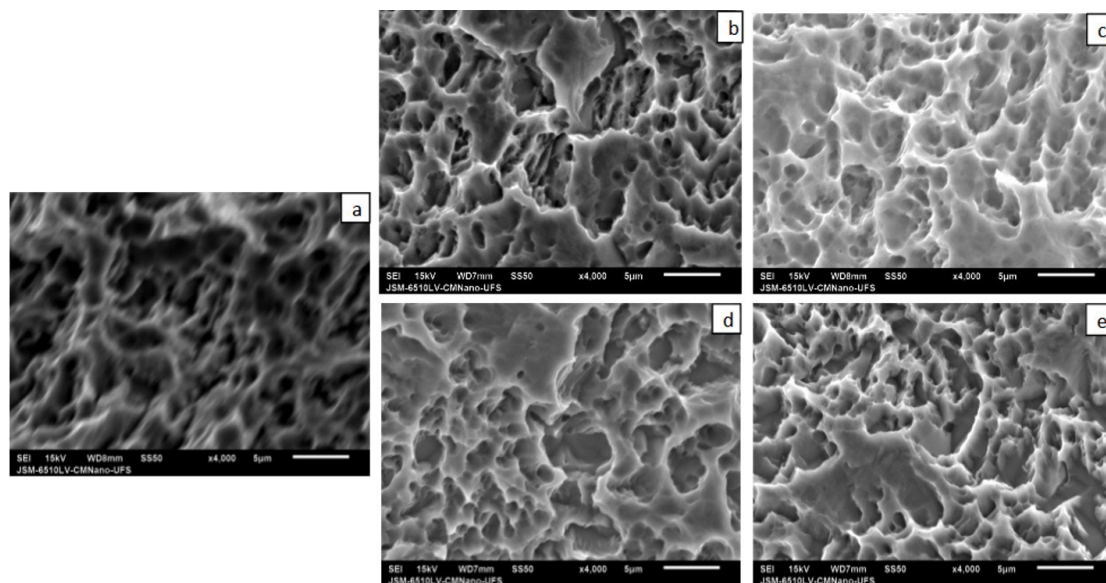


Figura 1. Imagens do MEV no zoom de 4000x região ápice. **Legenda:** a. Amostra controle região pescoço (4000x); b. Amostra tratamento 1 região pescoço (4000x); c. Amostra tratamento 2 região pescoço (4000x); d. Amostra tratamento 3 região pescoço (4000x); e. Amostra tratamento 4 região pescoço (4000x).

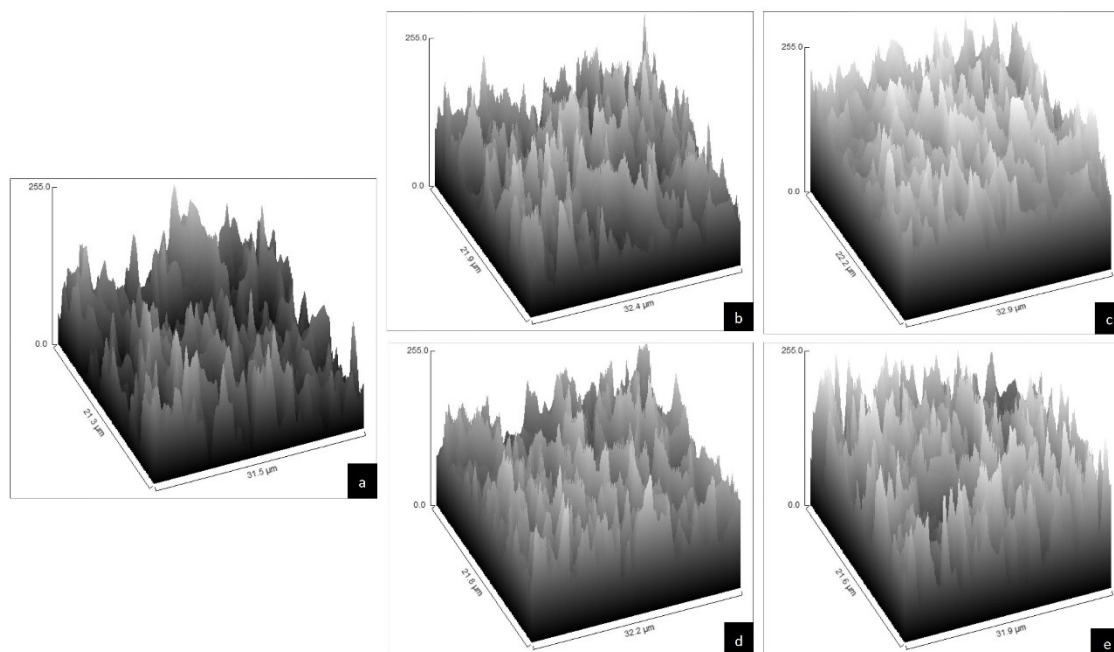


Figura 2. Reprodução 3D no zoom de 4000x região pescoço (Surface Plot). **Legenda:** a. Amostra controle região pescoço (4000x); b. Amostra tratamento 1 região pescoço (4000x); c. Amostra tratamento 2 região pescoço (4000x); d. Amostra tratamento 3 região pescoço (4000x); e. Amostra tratamento 4 região pescoço (4000x).

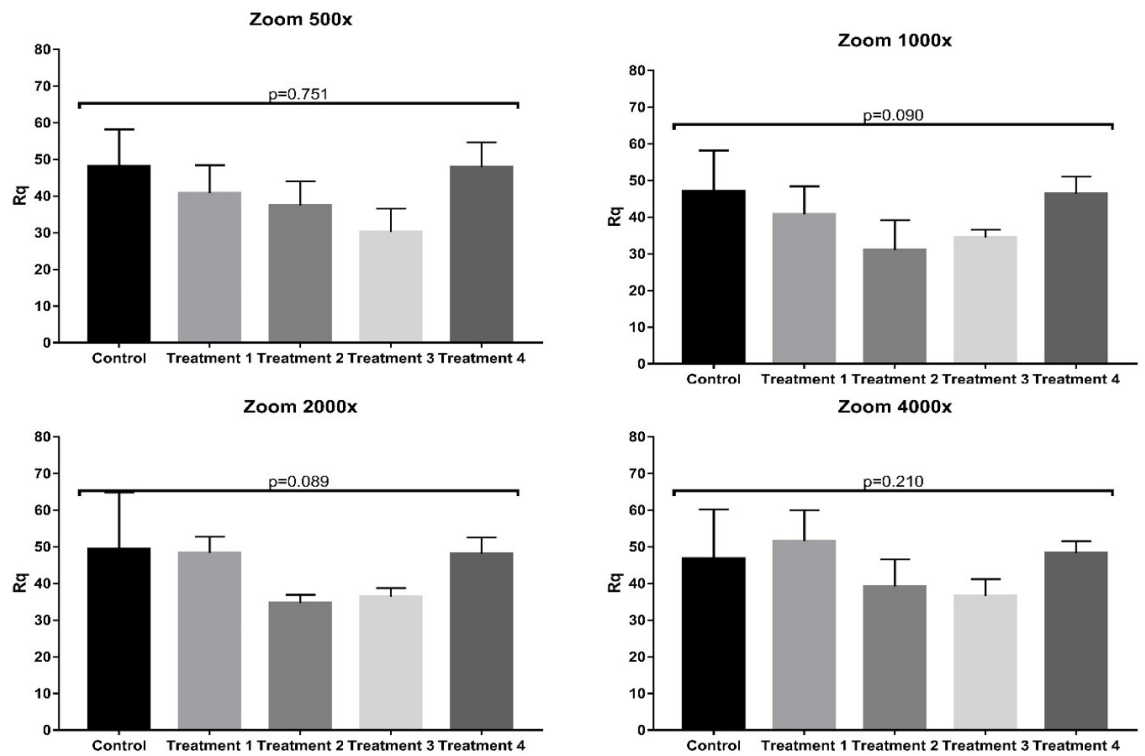


Figura 3. Análise de Rq das amostras em diferentes zooms (Teste ANOVA). **Legenda:** Análise dos valores de Rq pelos grupos de controle e tratamentos 1, 2, 3 e 4 em diferentes zoom.

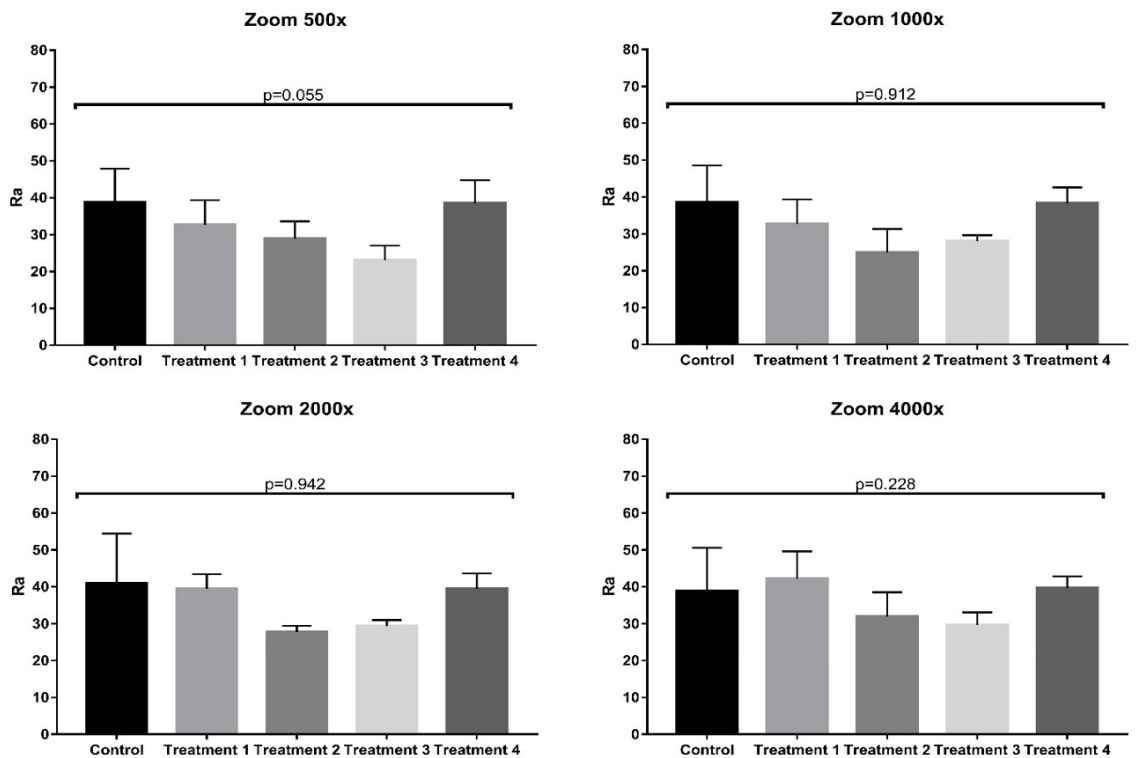


Figura 4. Análise de Ra das amostras em diferentes zooms (Teste ANOVA). **Legenda:** Análise dos valores de Ra pelos grupos de controle e tratamentos 1, 2, 3 e 4 em diferentes zoom.

DISCUSSÃO

Os resultados da análise da rugosidade superficial das amostras após avaliação das imagens obtidas pelo MEV confirmam a eficácia na alteração do protocolo de uso dos ácidos, permitindo sua reutilização obtendo tratamento de superfície com características favoráveis ao processo de osseointegração. Indica-se, ainda, a execução de estudos *in vitro* de adesão e proliferação celular, bem como molhabilidade, para melhor compreensão do desempenho da superfície obtida quando comparada à amostra controle.

Os dados obtidos no presente estudo, tanto pelas imagens capturadas no MEV como pelos números de Ra e Rq adquiridos pelo ImageJ, demonstraram que o tratamento com o duplo ataque ácido com cinco utilizações dos mesmos ácidos foi positivo para o tratamento de superfície do implante de liga de titânio. A caracterização da rugosidade na superfície se manteve com as reutilizações dos ácidos em relação ao grupo de controle.

A rugosidade representa um dos fatores que caracterizam a morfologia de uma superfície, quantificada em determinada escala, e o seu cálculo se baseia nos valores de Ra, Rq, Rz, Rsk, dentre outros¹¹. Porém, o Ra é o parâmetro mais amplamente utilizado, por especificar e descrever as características dos acabamentos superficiais. A outra medição mais comum é o Rq que corrobora com os valores de Ra, contabilizando a raiz quadrada da média aritmética dos desvios da linha média¹². Esses dois parâmetros são fundamentais para se quantificar a rugosidade, e por esses benefícios foram selecionados para este estudo.

Os valores analisados de Ra e Rq estão concentrados em torno da média por apresentarem um desvio padrão baixo, como exposto nas Figuras 3 e 4. Sendo assim, a mínima variação desses valores é indicativo de que, mesmo alterando o protocolo de duplo ataque ácido, a propriedade de rugosidade se manteve inalterada após as reutilizações dos ácidos.

É importante ressaltar o controle dos quatro fatores essenciais para o ataque ácido ideal, que são: temperatura, concentração, tipo de ácido e tempo de exposição⁷. Se o processo de reutilização do ataque ácido conseguir o mesmo tempo de exposição, garantir a mesma temperatura e concentração, bem como o tipo de ácido, possivelmente, obterá resultados similares, mesmo após a reutilização, como foi apresentado nesse estudo, uma vez que foi analisada a reutilização dos ácidos em quatro vezes para diferentes amostras e não houve variação estatisticamente significativa ($p > 0.05$) nas ampliações no MEV 500x, 1000x, 2000x e 4000x, como apresentado nos Figuras 3 e 4.

O duplo ataque ácido, independentemente do tamanho e formato do implante, provoca uma subtração homogênea da superfície, como pode ser corroborado pela análise das Figuras 1 e 2; quando bem controlados temperatura, tempo e concentração dos ácidos, a superfície apresenta ausência de bordas afiadas e poucas alterações químicas indesejáveis, tais como enfraquecimento da estrutura, contaminação da superfície ou ainda fatores que alterem a fadiga do material¹³.

Dessa forma, o conjunto de achados indica que, apesar da limitação do estudo quanto ao número da amostra, o tratamento com a reutilização do ácido em até quatro vezes tem o potencial de beneficiar fabricantes e implantodontistas, já que não apresentou descaracterização da superfície. Após minuciosa revisão da literatura, não foram encontrados artigos específicos que abordam o assunto da reutilização de ácidos no tratamento de superfície de implantes, corroborando tratar-se de um assunto inovador, atual e necessário para elaboração de protocolos que padronizem e qualifiquem o método de reutilização dos ácidos.

Contudo, é necessário destacar que a reutilização de ácidos já ocorre nas indústrias siderúrgicas, porém, antes da reutilização, o ácido passa por um processo de purificação¹⁴. Segundo Rodrigues et al.¹⁵, esse processo traz vantagens econômicas aos fabricantes, já que durante a fabricação de metais, no processo de decapagem, a utilização do ácido deve ser única, pois íons de Fe são liberados no ácido tornando inviável sua reutilização. Contudo, existe a possibilidade de reutilização do ácido mesmo sem a purificação completa do ácido, já que os

implantes dentários são feitos de ligas metálicas diferentes das usadas na indústria siderúrgica. No entanto, são necessários estudos que comprovem a quantidade máxima de reutilizações dos ácidos antes da purificação ou descarte para não gerar adesão de contaminantes e afetar a qualidade e função dos implantes.

Dessa maneira, a modificação no protocolo de tratamento de superfície com a reutilização dos ácidos demonstrou a manutenção das qualidades desejáveis de uma superfície microtexturizada, preservando comparativamente as propriedades físicas da superfície do implante, determinando, dessa forma, que sua reutilização não ocasiona modificações estruturais que impeçam ou inviabilizem seu uso.

O ácido clorídrico é amplamente utilizado no tratamento de superfície de implantes dentários, no entanto o uso de grandes quantidades de ácido clorídrico gera altos custos de produção às indústrias e pode impactar negativamente o meio ambiente, no processo de neutralização e descarte. A recuperação de ácido clorídrico da indústria siderúrgica apresenta uma solução para reduzir os custos e melhorar a sustentabilidade da indústria de implantes^{14,16}.

Na indústria siderúrgica, o metro cúbico de ácido clorídrico pode ser adquirido, em média, por 140 dólares, e a neutralização e o descarte custam aproximadamente 89 dólares por metro cúbico de ácido. Esse processo leva a um único uso e descarte do ácido, em contrapartida o processo de recuperação devolve quase todo o ácido utilizado, gerando uma redução de 600 mil dólares por ano. Considerando quatro utilizações do ácido antes do processo de recuperação, gera ainda mais economia e sustentabilidade¹⁶.

Sendo assim, o processo de reutilização dos ácidos pode reduzir os custos de produção, diminuindo o impacto ambiental do processo de produção de implantes dentários. Embora ainda existam pesquisas a serem feitas para determinar a eficácia da reutilização dos ácidos, essa possibilidade deve ser explorada como parte de uma abordagem mais sustentável para o desenvolvimento de implantes dentários.

CONCLUSÃO

As amostras analisadas dos implantes dentários de liga de titânio com um uso e até quatro reutilizações dos ácidos não interferiram estatisticamente nos valores de rugosidade, apresentando, assim, a possibilidade de mais estudos referentes à reutilização, contribuindo para a diminuição dos custos aos fabricantes aumentando a sustentabilidade do produto, mantendo-se a qualidade.

AGRADECIMENTOS

Esta pesquisa utilizou instalações do Centro Multiusuário de Nanotecnologia da UFS (CMNano-UFS), um Centro Nacional Multiusuário de pesquisa apoiado pela Financiadora de Estudos e Projetos (Finep.) Agradecemos o apoio técnico das equipes do CMNano-UFS durante os experimentos da proposta 085/2023. A disponibilização das amostras de implantes foi concedida pela indústria SINGULAR Implantes®. O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (Capes) – Código de Financiamento 001.

REFERÊNCIAS

1. Coelho PG, Jimbo R, Tovar N, Bonfante EA. Osseointegration: hierarchical designing encompassing the micrometer, micrometer, and nanometer length scales. *Dent Mater*. 2015 Jan;31(1):37-52. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2014.10.007>. PMID:25467952.

2. Nicolas-Silvente AI, Velasco-Ortega E, Ortiz-Garcia I, Monsalve-Guil L, Gil J, Jimenez-Guerra A. Influence of the titanium implant surface treatment on the surface roughness and chemical composition. *Materials (Basel)*. 2020 Jan;13(2):314. <http://dx.doi.org/10.3390/ma13020314>. PMID:31936686.
3. Suter F, Zinelis S, Patcas R, Schätzle M, Eliades G, Eliades T. Roughness and wettability of aligner materials. *J Orthod*. 2020 Sep;47(3):223-31. <http://dx.doi.org/10.1177/1465312520936702>. PMID:32615846.
4. Juodzbaly G, Sapragoniene M, Wennerberg A. New acid etched titanium dental implant surface. *Stomatol Baltic Dent Maxillofac J*. 2003;5(3):101-5.
5. Staehlke S, Springer A, Freitag T, Brief J, Nebe JB. The anchorage of bone cells onto an yttria-stabilized zirconia surface with mild nano-micro curved profiles. *Dent J*. 2020 Nov;8(4):127. <http://dx.doi.org/10.3390/dj8040127>. PMID:33182602.
6. Silva FL, Rodrigues F, Pamato S, Pereira JR. Tratamento de superfície em implantes dentários: uma revisão de literatura. *Rev Fac Odontol (Univ Passo Fundo)*. 2016 Jan-Abr;21(1):136-42. <http://dx.doi.org/10.5335/rfo.v21i1.5256>.
7. Schlee M, Pradies G, Mehmke WU, Beneytout A, Stamm M, Meda RG, et al. Prospective, multicenter evaluation of trabecular metal-enhanced titanium dental implants placed in routine dental practices: 1-year interim report from the development period (2010 to 2011). *Clin Implant Dent Relat Res*. 2015 Dec;17(6):1141-53. <http://dx.doi.org/10.1111/cid.12232>. PMID:25181367.
8. Carvalho BM, Pellizzer EP, Moraes SLD, Falcón-Antenucci R, Ferreira JS Jr. Tratamentos de superfície nos implantes dentários. *Rev Cir Traumatol Buco Maxilofac*. 2009 Jan-Mar;9(1):123-30.
9. Abramoff MD, Magalhães PJ, Ram SJ. Image processing with ImageJ. *Biophoton Int*. 2004;11(7):36-42.
10. Grande JC. Principles of image analysis. *Metallogr. Microstruct. Anal*. 2012;1(5):227-43. <http://dx.doi.org/10.1007/s13632-012-0037-5>.
11. Grandi G, Timò A, Sammarini M, Del Savio MC, Facchinetti F. Surface roughness of different contraceptive vaginal rings: evaluation by scanning electron microscope (SEM). *Eur J Contracept Reprod Health Care*. 2020 Feb;25(1):60-4. <http://dx.doi.org/10.1080/13625187.2019.1709964>. PMID:31922428.
12. Webb HK, Truong VK, Hasan J, Fluke C, Crawford RJ, Ivanova EP. Roughness parameters for standard description of surface nanoarchitecture. *Scanning*. 2012 Jul-Aug;34(4):257-63. <http://dx.doi.org/10.1002/sca.21002>. PMID:22331659.
13. Leite GB, Fonseca YR, Gomes AV, Elias CN. Relationship between 3D surface roughness parameters and wettability in titanium with micrometric and sub-micrometric grains sizes. *Materia (Rio J)*. 2020;25(2):e-12655. <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620200002.1055>.
14. Agrawal A, Sahu KK. An overview of the recovery of acid from spent acidic solutions from steel and electroplating industries. *J Hazard Mater*. 2009 Nov;171(1-3):61-75. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.06.099>. PMID:19632040.
15. Rodrigues EF, de Moraes LM, Santos JO, Mansur VS, Machado ACG. Processo de Regeneração de Ácido Clorídrico. *Anais do XI Simpósio de Excelência em Gestão e Tecnologia (SeGet)*; 2014 out 22-24; Resende, BR. Resende: AEDB; 2014. p. 1-10.
16. Gloria LM, Viveiros BVG. Análise econômica de processo de recuperação de ácido clorídrico. *Rev Acad Oswaldo Cruz*. 2018;5(17):1-13.

CONFLITOS DE INTERESSE

Os autores declaram não haver conflitos de interesse.

***AUTOR PARA CORRESPONDÊNCIA**

Giovanna Nascimento Mendes, UFS – Universidade Federal de Sergipe, Departamento de Odontologia, Rua Cláudio Batista, s/n, Santo Antônio, 49060-102 Aracaju, SE - Brasil, e-mail: giokassia@gmail.com

Recebido: Agosto 23, 2023

Aprovado: Outubro 12, 2023