

**UNIVERSIDADE DO GRANDE RIO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

**ANÁLISE DE IMPLANTES DENTAIS COM REVESTIMENTO DE
FOSFATO DE CÁLCIO ANTES E DEPOIS DE INSTALAÇÃO EM OSSO
BOVINO**

DISSERTAÇÃO

MARCELO FERREIRA DA SILVA

2024

UNIVERSIDADE DO GRANDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

ANÁLISE DE IMPLANTES DENTAIS COM REVESTIMENTO DE
FOSFATO DE CÁLCIO ANTES E DEPOIS DE INSTALAÇÃO EM OSSO
BOVINO

MARCELO FERREIRA DA SILVA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, da Universidade do Grande Rio (UNIGRANRIO), como parte dos requisitos para a obtenção do grau de Mestre em Implantodontia.

Orientador:
Prof. Dr. Fabiano Luiz Heggendorn

Coorientador (a):
Prof. Dr. Alexandre Antunes Ribeiro

ANO 2024

CATALOGAÇÃO NA FONTE
UNIGRANRIO – NÚCLEO DE COORDENAÇÃO DE BIBLIOTECAS

S586 Silva, Marcelo Ferreira da.

Análise de implantes dentais com revestimento de Fosfato de Cálcio antes e depois de instalação em osso bovino / Marcelo Ferreira da Silva. – Duque de Caxias, Rio de Janeiro, 2024.

124 f.: il.

Orientador: Prof. Dr. Fabiano Luiz Heggendom

Coorientador: Prof. Dr. Alexandre Antunes Ribeiro

Dissertação (mestrado) – Universidade do Grande Rio “Prof. José de Souza Herdy”, Escola de Ciências da Saúde, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Rio de Janeiro, 2024.

1. Biomateriais. 2. Cálcio. 3. Fosfato de Cálcio. 4. Método biomimético. I. Heggendom, Fabiano Luiz. II. Ribeiro, Alexandre Antunes. III. Título. IV. Universidade do Grande Rio “Prof. José de Souza Herdy”.

CDD: 617.6

Rodrigo de Oliveira Brainer CRB-7: 6814

ANÁLISE DE IMPLANTES DENTAIS COM REVESTIMENTO DE FOSFATO DE CÁLCIO ANTES E DEPOIS DE INSTALAÇÃO EM OSSO BOVINO

MARCELO FERREIRA DA SILVA

Dissertação apresentado ao Programa de
Pós-Graduação em Odontologia, da
Universidade do Grande Rio (UNIGRANRIO),
como parte dos requisitos para a obtenção do
grau de Mestre em Odontologia (Área de
Concentração: Implantodontia)

Aprovada em 12 de agosto de 2024

Banca examinadora



Prof. Dr. Fabiano Luiz Heggendorf
Universidade do Grande Rio - UNIGRANRIO



Prof. Dr. Rodrigo dos Santos Pereira
Universidade do Grande Rio - UNIGRANRIO



Prof(a). Dr(a). Roseli Marins Balestra
Universidade Federal de São João Del-Rei - UFSJ

“Nada acontece ao homem que não seja próprio do homem”.

Marco Aurélio

AGRADECIMENTOS

A Deus.

A todos os professores que participaram ativamente da minha vida.

A minha família que é fonte de energia e saber.

A Erica pelo: companheirismo, inspiração e torcida.

A meu pai Dr. Marcos Cezar Ferreira, meu eterno incentivador.

A empresa S.I.N. pelo apoio na construção deste projeto.

Ao meu amigo Marcelo Omena por ter me incentivado a fazer o Mestrado.

Aos amigos de jornada Rodrigo, Amanda, Camila, Livanea, Nathalia, Erica, Pablo, Rodrigo Defilippo, Antonio...

A todos os professores que contribuíram para minha jornada em especial o professor Flavio Alves.

Ao meu orientador professor Fabiano Luiz Heggendorn, por ter aceitado o desafio de me orientar em uma linha de pesquisa desafiadora, pelos ensinamentos, pela sua generosidade, obrigado por tudo.

Ao meu coorientador professor Alexandre Antunes Ribeiro, pela paciência, pelos ensinamentos, por me atender em horários atípicos, muito obrigado por sua generosidade.

A Andreza Lima de Menezes, por todo auxílio e ensinamentos.

A coordenação do SEST SENAT - A7 por apoiar-me em mais esta etapa.

À equipe do INT: Alan, Francisco, Carla, Gerson, Israel, Aline e Laís.

Ao CBPF por contribuir para que eu pudesse realizar uma parte da minha pesquisa na instituição.

ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO E REVISÃO DE LITERATURA	19
2. JUSTIFICATIVA	36
3. OBJETIVO(S)	38
4. MATERIAIS E MÉTODOS	39
5. RESULTADOS	56
6. DISCUSSÃO	98
7. CONCLUSÃO	104
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	105
9. ANEXO(S)	119

RESUMO

Diferentes tipos e metodologias de tratamento superficial são empregados para alterar a topografia e a composição química de implantes dentários de titânio com a finalidade de melhorar as características de biocompatibilidade. Entretanto, durante a instalação ocorrem forças principalmente de compressão e cisalhamento, que podem gerar danos à superfície, levando à liberação de substâncias químicas e/ou partículas metálicas citotóxicas que causam periimplantite ou a perda do implante. **Objetivo.** O propósito deste estudo foi analisar implantes dentais com revestimento de fosfato de cálcio depositado por método biomimético (Bio-CaP), antes e após a instalação em estruturas ósseas *in vitro* e *ex-vivos*, investigando a integridade do revestimento após a inserção no leito ósseo fresado. **Materiais e métodos.** Foram analisados implantes dentários de titânio com 3 diferentes macrogeometrias e com revestimento de HAnano® e Bio-CaP, totalizando 06 amostras. Os implantes com revestimento Bio-CaP se referem às amostras experimentais revestidas com fosfato de cálcio (CaP) pelo método biomimético por 21 dias. A superfície HAnano® é uma marca já consolidada no mercado e foi utilizada no trabalho para efeito de comparação. Os implantes com revestimento Bio-CaP foram instalados em corpos de prova ósseos (CPBone) modelo *ex vivo* bovino. Todos os implantes foram caracterizados superficialmente através de microtomografia 3D, difração de raios X (DRX), Perfilometria, espectrometria por energia dispersiva (EDS), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscópio de Feixe de íon focalizado (FIB). **Resultados:** Foram caracterizados microestruturalmente as diferentes superfícies com e sem revestimento de Bio-CaP e HAnano®. Em adição, foi feito uma mensuração dos implantes com revestimento de Bio-CaP após a instalação em osso bovino, para verificar o comportamento mecânico desta superfície em contato com o osso.

Conclusão: O desempenho mecânico do revestimento biomimético mostrou-se muito satisfatório após instalação em osso de alta densidade.

Palavras-chave: titânio; fosfato de cálcio; revestimento; método biomimético; implante dental; biomateriais.

ABSTRACT

Different types and surface treatment methodologies are employed to change the topography and chemical composition of titanium dental implants in order to improve biocompatibility characteristics. However, during installation, mainly compression and shear forces occur, which can cause surface damage, leading to release of chemical substances and/or cytotoxic metal particles that cause periimplantitis or implant loss.

Objective. The purpose of this study was to analyse dental implants with a coating of calcium phosphate deposited by a biomimetic method (BioCaP), before and after installation in in vitro and ex-vivo bone structures, investigating the integrity of the coating after insertion into the milled bone bed.

Materials and methods. Titanium dental implants were analysed with 3 different macrogeometries and with HAnano® and BioCaP coating, totalling 06 samples. BioCaP coated implants refer to experimental samples coated with calcium phosphate (CaP) by the biomimetic method for 21 days. The HAnano® surface is a brand already consolidated in the market and was used in the work for comparison purposes. BioCaP coated implants were installed in bovine ex vivo model bone test bodies (CPBone). All implants were superficially characterised by 3D microtomography, X-ray diffraction (DRX), profilometry, dispersive energy spectrometry (EDS), scanning electron microscopy (SEM), and focused ion beam microscope (FIB).

Results: The different surfaces with and without coating of BioCaP and HAnano® were characterised microstructurally. In addition, BioCaP coated implants were measured after installation in bovine bone to verify the mechanical behaviour of this surface in contact with bone.

Conclusion: The mechanical performance of the biomimetic coating was very satisfactory after installation in high density bone.

Key words: titanium; calcium phosphate; coating; biomimetic method; dental implant; biomaterials.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.	Preparo das amostras.....	42
Figura 2.	Implantes após o tratamento químico e térmico.....	43
Figura 3.	Preparo da Solução simplificada.....	44
Figura 4.	Foto de dessecador com implantes biomiméticos.....	45
Figura 5.	Organograma do tratamento biomimético.....	45
Figura 6.	Sequência de instalação de implantes biomiméticos.....	53
Figura 7.	Micro e Macrogeometria dos implantes HAnano.....	57
Figura 8.	Micro/Nano topografia dos implantes HAnano.....	59
Figura 9.	Implantes ISTT.....	61
Figura 10.	Implantes com TSQT.....	62
Figura 11.	Eletromicrografia dos implantes TSQT.....	64
Figura 12.	Imagens MEV-FEG dos implantes Bio-CaP.....	66
Figura 13.	Microestrutura do tipo Laminar (plate-like)	66
Figura 14.	Microanálise do revestimento Bio-CaP.....	70
Figura 15.	Espessura do revestimento Bio-CaP.....	71
Figura 16.	Espessura do revestimento HAnano.....	72
Figura 17.	Gráfico 1 – Médias das deposições dos revestimentos biomiméticos	73
Figura 18.	Gráfico 2 – Comparação de dif. Macrogeometrias com revest. Biomiméticos de Bio-CaP e Comerciais de HAnano®.	77
Figura 19.	Gráfico 3 – Análise do tipo de revestimento em Câmara e Topo de Rosca.	78
Figura 20.	Gráfico 4 – Microrrugosidade das superfícies de Fosfato de cálcio comparada as diferentes superfícies avaliadas.	80
Figura 21.	Gráfico 5 – Microrrugosidade nas dif. etapas da tec. Biomimetização	81

Figura 22.	Gráfico 6 - Comparação entre os revest. Bio-CaP e HAnano®.	82
Figura 23.	Gráfico 7 – Microrrugosidade superficial das diferentes superfícies e revestimentos.	83
Figura 24.	DRX do implante ISTT Epikut.....	85
Figura 25.	DRX do implante ISTT Strong.....	86
Figura 26.	DRX do implante ISTT Unitite.....	87
Figura 27.	DRX do implante TSQT/Epikut.....	88
Figura 28.	DRX do implante TSQT/Strong.....	89
Figura 29.	DRX do implante TSQT/Unitite.....	90
Figura 30.	DRX do implante Bio-CaP/Epikut.....	91
Figura 31.	DRX do implante Bio-CaP/Strong.....	92
Figura 32.	DRX do implante Bio-CaP/Unitite.....	93
Figura 33.	Reconstrução 3D dos implantes instalados nos CpBones.....	94
Figura 34.	Análise de Implante Bio-CaP/Epikut após instalação em Cpbone.....	96
Figura 35.	Análise de Implante Bio-CaP/Strong após instalação em Cpbone....	97
Figura 36.	Análise de Implante Bio-CaP/Unitite após instalação em Cpbone.....	98
Figura 37.	Microanálise de espessura de revestimentos após instalação.....	99
Figura 38.	Gráfico 8 - Análise de espessura dos Bio-CaP após implantação.....	101
Figura 39.	Indentações feitas no corpo de prova de osso bovino.....	103

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.	Linhas de implantes a serem aplicados no estudo.....	41
Tabela 2.	Disposição amostral dos implantes para deposição das superfícies biomimetizadas nos diferentes tempos de imersão.	46
Tabela 3	Grupos de linhas de implantes e técnicas microscópicas utilizadas para a caracterização prévia.	50
Tabela 4.	Grupos e número amostral a ser utilizado no ensaio de instalação de implantes dentais para análise de liberação de partículas.	51
Tabela 5.	Instalação e torque final dos implantes.....	51
Tabela 6.	Diâmetro médio dos micropits.....	59
Tabela 7.	EDS das superfícies dos implantes HAnano.....	60
Tabela 8.	EDS do grupo controle.....	61
Tabela 9.	EDS do grupo TSQT.....	65
Tabela 10.	EDS do grupo Bio-CaP.....	67
Tabela 11.	Espessura média dos revestimentos Bio-CaP.....	73
Tabela 12.	Espessura média dos revestimentos Bio-CaP e HAnano.....	76
Tabela 13.	Espessura média dos revestimentos Bio-CaP após a implantação..	100
Tabela 14.	Percentual de perda de espessura média dos revestimentos.....	102
Tabela 15.	Microdureza do osso bovino.....	103

LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS E SIGLAS

a.C	Antes de Cristo
Ag	Prata
Al	Alumínio
BDM	Densidade mineral óssea
BIC	Contato osso implante
Bi	Bismuto
Bio-CaP	Implantes com superfície Biomimética
C	Carbono
Ca	Cálcio
CaCl ₂	Cloreto de Cálcio
Ca(OH) ₂	Hidróxido de Cálcio
Ca ₃ (PO ₄) ₂	Fosfato de Cálcio
CBPF	Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas
CC	Câmara de Compensação
CEUA	Comite de Ética no Uso de Animais
CM	Cone Morse
CP (s)	Corpo(s) de Prova(s)
CPsBone	Corpos de prova ósseo
Cr-Co	Cromo – Cobalto
d.C	depois de Cristo
DICOR	Divisão de Corrosão e Degradação
DRX	Difração de Raios X
EDS	Espectroscopia por Energia Dispersiva
Fe	Ferro

FEG	Emissão de Elétrons por um Canhão de Emissão de Campo
FGF	Fator de crescimento de fibroblasto
FIB	Focused Ions Beam/feixe de íons focado
FN	Fibronectina
Ga	Gálio
GIXRD	Difração de raios-x com incidência rasante
HA ou HAP	Hidroxiapatita
HCl	Ácido Clorídrico
HF	Ácido Fluorídrico
H ₂ O	Água
HNO ₃	Ácido Nítrico
H ₂ SO ₄	Ácido sulfúrico
INT	Instituto Nacional de Tecnologia
ISTT	Implante Sem Tratamento de Superfície
ICDD	International Center for Diffraction Data
Kgf	quilograma-força
kV	Quilovolt
LACOR	Laboratório de Corrosão e Proteção
LACPM	Laboratório de Caracterização de Propriedades Mecânicas e Macroestruturais
LATEP	Laboratório de Tecnologia de Pós
MEV ou SEM	Microscopia Eletrônica de Varredura
mA	Miliampere
μCT	Microtomógrafo
μm	Micrômetro

Mg	Magnésio
Min	minuto(s)
Mm	Milímetro
MO	Microscopia Óptica
Mot	Instalação a motor
Mn	Manganês
N	Newton
Na	Sódio
Na_2HPO_4	Fosfato de sódio
Na_2TiO_3	Titanato de Sódio
NaOH	Hidróxido de Sódio
Nm	Nanômetro
O	Oxigênio
OCP	fosfato de octacálcio
P	Fósforo
PC	Número de picos por unidade de comprimento
Ra	Rugosidade média
Rc	Altura média dos elementos do perfil
Rmax	Rugosidade máxima
Rku	Perfil de achatamento, curtose
Rom	Profundidade do vale mais profundo
Rp ou Zp	Altura máxima do pico mais alto de rugosidade
RPM	Rotações Por Minuto(s)
Rq ou Rms	Raiz quadrada média da rugosidade

Rsk	Fator de assimetria
Rsm	Largura média dos elementos do perfil
Rt	Profundidade total
R _{3z}	Rugosidade média do terceiro pico
Rv ou Zv	Perfil de profundidade do maior vale
Rz	Rugosidade parcial média
Pt	Platina
pH	Potencial hidrogeniônico de uma solução
S. mutans	Streptococcus mutans
S. salivarius	Streptococcus salivarius
S. sanguis	Streptococcus sanguis
SBF	Fluido corporal simulado
SLA	Jateado com areia e post. Tratamento ácido
Sm	Distribuição média entre sulcos ou distância média entre picos
SS	Solução Simplificada
Si	Silício
S.I.N.	Sistema Nacional de Implantes
Ti	Titânio
Ti Cp	Titânio Comercialmente puro
TiO ₂	Dióxido de titânio
Ti-6Al-4V	Liga titânio alumínio vanádio
Toq	Instalação a torquímetro
TPS	Titanium Plasma Sprayed/Titânio Pulverizado com plasma
TR	Topo de Rosca

TQT	Tratamento Químico e Térmico
3D	Terceira dimensão
TSQT	Tratamento de Superfície Químico e Térmico
UFSJ	Universidade Federal São João del-Rei
UNIGRANRIO	Universidade do Grande Rio
UV	Radiação Ultravioleta
UVA	Radiação Ultravioleta A
UVB	Radiação Ultravioleta B
UVC	Radiação Ultravioleta C
V	Vanádio
VR	Vale de Rosca
Zi	Rugosidade parcial
Zr	Zircônia

1. INTRODUÇÃO E REVISÃO DE LITERATURA

1.1 DESENVOLVIMENTO DA IMPLANTODONTIA

Desde 2500 a.C., com os antigos egípcios, diferentes materiais foram empregados para a substituição de dentes perdidos, como fios de ouro, marfim, dentes de escravos e animais, conchas e madeiras talhadas. A primeira evidência de implantes dentários ocorreu por volta de 600 d.C., utilizando pedaços de conchas para substituir os dentes mandibulares perdidos. Posteriormente, em 1930, os irmãos Drs. Alvim e Moses Strock, após observarem médicos colocando implante de vitallium (liga de Cr-Co) com sucesso em um osso de quadril, transportaram a técnica para a cavidade oral, utilizando implantes endosteais de forma bem-sucedida (ABRAHAM, 2014; GAVIRIA *et al.*, 2014).

Já em 1952, os implantes dentários à base de titânio ganharam notoriedade quando Per Ingvar Brånemark estudava microcirculação em fêmures de coelho colocando câmaras de titânio para observação. Com o tempo, a câmara ficou firmemente aderida ao osso e não pode ser removida (BRANEMARK, 1983; ELIAS, 2011; ABRAHAM, 2014).

Após esta accidental descoberta, Branemark desenvolveu um novo conceito de osseointegração que o levou ao desenvolvimento dos implantes dentários. O uso do titânio nos implantes dentários continuou a ser estudado e, em 1965, começou a ser utilizado em humanos (BRANEMARK, 1983; ELIAS, 2011). Posteriormente, a osseointegração foi definida por Branemark como o contato direto entre o implante e o osso no nível de resolução do microscópio de luz. Atualmente é definida como: “uma reação de corpo estranho onde o osso formado ao redor do implante é considerado

uma reação de defesa para proteger os tecidos do implante” (EHRENFEST *et al.*, 2010; ALBREKTSSON *et al.*, 2017).

Os implantes dentários são utilizados para substituir um ou mais dentes perdidos. Inicialmente o protocolo proposto por Brånemark para instalação de implantes dentários envolvia duas fases distintas. A primeira sendo a instalação do implante na cavidade óssea, seguida por um período de osseointegração de 3 a 6 meses. Posteriormente, a segunda fase consistia na instalação da prótese implanto suportada. Com a evolução, o protocolo convencional de duas etapas proposto por Branemark foi aprimorado, instalando-se uma prótese imediatamente após a osseointegração do implante, desde que existisse condições mecânicas e biológicas adequadas (ELIAS, 2011).

Nesse contexto, muitos esforços foram feitos para diminuir o tempo de reparo ósseo, mudança nas superfícies dos implantes de titânio, mudança na técnica cirúrgica e alterações na macrogeometria do implante. Entretanto, mesmo cientes da influência do formato do implante na estabilidade primária e na distribuição das cargas orais, ainda não há consenso quanto à padronização do desenho do implante. Atualmente, existem diversas macrogeometrias de implantes, sendo os implantes cilíndricos os mais utilizados (ELIAS, 2011). Contudo, a partir de estudos biomecânicos e clínicos, verificou-se que os implantes cônicos apresentaram maior capacidade de compressão do que os cilíndricos (ELIAS, 2011; GEHRKE *et al.*, 2019; GEHRKE *et al.*, 2022).

Já os parâmetros no desenho da rosca dos implantes também são indicados por influenciar o sucesso do implante dentário, incluindo o passo, a altura e a configuração dela. Esses parâmetros são significantes principalmente para o osso medular, não para o osso cortical (ABRAHAM, 2014; GAVIRIA *et al.*, 2014).

1.2 MODIFICAÇÕES MACRO E MICROESTRUTURAIS NOS IMPLANTES DENTÁRIOS

Diferentes variáveis são indicadas por contribuírem para a longevidade da osseointegração dos implantes dentários, devendo ser consideradas no planejamento reabilitador: composição dos biomateriais, largura e geometria do implante, fatores biomecânicos, características da superfície, estado clínico do paciente, qualidade óssea e técnica cirúrgica (GAVIRIA *et al.*, 2014). Neste contexto, a macrogeometria, superfície, material dos implantes envolvidos e condições ósseas (densidade, disponibilidade e suprimento sanguíneo) afetam a biomecânica da osseointegração, contribuindo para o sucesso ou fracasso dos implantes (CHRCANOVIC *et al.*, 2017). Uma das modificações macrogeométricas dos implantes é a incorporação de plataformas nos ápices dos implantes, formando câmaras de cicatrização que serão preenchidas com grandes coágulos. Esta macrogeometria reduz a área de contato do implante com o osso, comprometendo a estabilidade inicial. No entanto, uma boa estabilidade inicial também pode ser obtida por meio de macrogeometrias híbridas entre roscas e câmaras (BEZERRA *et al.*, 2011).

Após o trabalho pioneiro de Branemark e sua equipe, a superfície do implante, que era lisa ou usinada, passou por diversas modificações, estabelecendo-se a moderadamente áspera, em uma escala micrométrica e nanométrica, a fim de acelerar o período de reparo ósseo (ALBREKTSSON & WENNERBERG, 2019).

A partir da década de 1980, surgiram algumas técnicas com o intuito de tornar a superfície dos implantes mais rugosas, agregando partículas de titânio pela técnica TPS Titanium Plasma Sprayed/Titânio Pulverizado com Plasma (TPS) e hidroxiapatita (HA) (ALBREKTSSON & WENNERBERG, 2019). A partir da década de

1990, a camada superficial mais externa dos implantes foi reorganizada através da técnica subtrativa: uma modificação de superfície que ocorre através da remoção ou reorganização da camada superficial, usando técnicas de jateamento, jateamento e corrosão ou oxidação (ALBREKTSSON & WENNERBERG, 2019).

Esta evolução na implantodontia trouxe diversos benefícios como por exemplo: osseointegração precoce; tratamentos mais rápidos e promissores; carregamento imediato nos implantes dentários; e instalação de implantes em áreas com pouca disponibilidade e pobre qualidade óssea (ELIAS, 2011; SMEETS *et al.*, 2016).

A estabilidade inicial de um implante dentário é um dos principais itens para alcançar a osseointegração. Neste contexto, a macrogeometria dos implantes contribui para um torque diferenciado, influenciando o padrão de reparo no processo de osseointegração (JIMBO *et al.*, 2014).

As mudanças ocorridas na superfície dos implantes dentários permitem estender seu uso, de casos simples para complexos, ampliando a taxa de sucesso, favorecendo a viabilidade celular, aumentando sua resistência mecânica no osso e permitindo uma menor ades bacteriana, além de uma redução de biofilme. Logo, essas alterações favorecem a novas perspectivas frente às adversidades como a periimplantite e a subsequente perda dos implantes dentários (KLIGMAN *et al.*, 2021).

1.2.1 Propriedades químicas da superfície do titânio

Na técnica de ataque ácido, o processo é baseado na corrosão, levando a alterações nos íons na superfície do metal, com o grau de modificação da superfície variando de acordo com o tipo de ácido utilizado (ELIAS, 2011). Na técnica de jateamento, as partículas utilizadas no método podem aderir à superfície, enquanto

na anodização, as superfícies oxidadas são influenciadas quimicamente pelo eletrólito utilizado. Dessa forma, é possível melhorar as propriedades químicas e topográficas por meio de diferentes opções de técnicas de tratamento de superfície (ALBREKTSSON & WENNERBERG, 2019; KAZIMIERCZAKK & PRZEKORA, 2020).

A alta resistência à corrosão do titânio é consequência de sua alta afinidade pelo oxigênio e da formação de uma fina película de óxido de titânio em sua superfície. Essa camada é conhecida como película passiva, possuindo espessura contínua de 1 a 20 nm, baixa cristalinidade e não estequiométrica, com relativa estabilidade termodinâmica e alta adesão (SOUZA et al., 2020), além de possuir natureza hidrofílica (ALBREKTSSON & WENNERBERG, 2019).

A oxidação em alta temperatura induz a formação da fase cristalina, rutilo do óxido de titânio, enquanto uma mistura das fases cristalinas de rutilo e anatase é formada na reação de oxidação em baixa temperatura. A fina película na superfície do implante é composta principalmente de óxido de titânio (TiO_2), dependendo das condições em que foi formada (SOUZA et al., 2020). Neste contexto, a modificação eletroquímica de superfícies de titânio é usada para dissolver o óxido de titânio existente e restabelecer uma superfície padrão para a formação de uma rede cristalina mais estável, TiO_2 -rutilo, melhorando assim sua resistência à corrosão (HRYNIEWICZ et al., 2009).

1.2.2 Propriedades mecânicas do titânio

O titânio comercialmente puro (Ti cp) é o principal material utilizado na fabricação de implantes dentários por apresentar alta resistência à corrosão, excelente biocompatibilidade e bioatividade. O titânio também possui baixa densidade

(4,5 g/cm³), baixa condutividade termoelétrica, baixo módulo de elasticidade e considerável resistência à fadiga (NATTRODT *et al.*, 2023).

Como biomaterial existem 5 graus de titânio que são empregados na fabricação do implante osseointegrado, os graus de 1 a 4 são denominados de Ti cp (titânio comercialmente puro), o que os diferencia são as proporções de Fe (Ferro) e O (Oxigênio) nestas 4 classificações, proporções maiores destes elementos refletem em um profundo impacto na dureza do material (ALBREKTSSON & WENNERBERG, 2019). Os graus acima de 4, são classificados como ligas de titânio, por exemplo, liga de Ti-6Al-4V, grau 5, que é a mais empregada, possuindo ótima resistência mecânica e à corrosão. O grau 5 é usado como biomaterial e indicado para implantes com pequeno diâmetro e espessura, possuindo, entretanto, uma toxicidade relacionada a liberação de V (Vanádio) e Al (Alumínio) (ELIAS, 2011; ELIAS *et al.*, 2015).

1.2.3 Rugosidade

A topografia da superfície do implante é de suma importância para uma osseointegração (ALBREKTSSON *et al.*, 1981), vários estudos confirmaram que a rugosidade da superfície dos implantes afeta positivamente a osseointegração e a estabilidade mecânica dos implantes dentários (ELIAS, 2011; BRANEMARK *et al.*, 2011; COELHO *et al.*, 2015). Já a microrrugosidade da superfície do implante é importante para o recrutamento e diferenciação celular, contribuindo nos estágios iniciais da osseointegração, na adsorção de proteínas e na interação entre célula e a superfície do implante (GEHERKE *et al.*, 2018).

Os principais parâmetros de rugosidades são:

- Rugosidade média (Ra): É o valor médio das amplitudes em relação a uma linha de referência. Este parâmetro quantifica a distância vertical média entre os

cinco picos mais altos e os cinco vales principais (EHRENFEST *et al.*, 2010; ELIAS, 2011; NICOLAS-SILVENTE *et al.*, 2020);

- Raiz quadrada média da rugosidade (Rq ou Rms): É a raiz quadrada dos quadrados das amplitudes em relação à linha média. A quadratura dos valores de irregularidade aumenta o efeito das irregularidades que se desviam acentuadamente da média (EHRENFEST *et al.*, 2010; ELIAS, 2011; NICOLAS-SILVENTE *et al.*, 2020);

- Rugosidade parcial média (Rz): Rz é a média aritmética de cinco valores da rugosidade parcial (EHRENFEST *et al.*, 2010; ELIAS, 2011; NICOLAS-SILVENTE *et al.*, 2020);

Outros possíveis parâmetros de amplitude utilizados incluem rugosidade parcial (Zi), rugosidade máxima (rmax), profundidade total (rt), rugosidade média do terceiro pico (r3z), fator de assimetria (rsk); perfil de achatamento, curtose (rku); a altura máxima do pico mais alto de rugosidade da superfície, situado acima da linha média (rp ou zp); o perfil de profundidade do maior vale (rv ou zv; a altura média dos elementos do perfil (rc); definido como a profundidade do vale mais profundo (rom); sendo a distância média entre sulcos ou distância média entre picos (sm,); a largura média dos elementos do perfil e PC que é o número de picos por unidade de comprimento (RSm) (EHRENFEST *et al.*, 2010; ELIAS, 2011; NICOLAS-SILVENTE *et al.*, 2020).

1.3 TIPOS DE TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE DO IMPLANTE DENTÁRIO

Muitas mudanças ocorreram no *design* e na superfície dos implantes, o aperfeiçoamento da macrogeometria e o tratamento de superfície trouxeram benefícios, como a possibilidade de um intertravamento melhor, bem como a possibilidade de ativamento, mecânico ou protético, do implante de forma mais

acelerada (OTTRIA *et al.*, 2008). Nesse sentido, vários são os fatores que influenciam a biocompatibilidade, como a composição química, as propriedades mecânicas, a carga elétrica e as características da superfície (ELIAS, 2011; KLIGMAN *et al.*, 2021).

1.3.1 Usinagem

Os implantes por usinagem foram os primeiros a serem fabricados, seguindo um protocolo de limpeza, descontaminação, passivação e esterilização, não sofrendo nenhum tipo de tratamento na superfície após estes processos. Este tipo de implante também era conhecido como liso, estando em desuso atualmente (BEZERRA *et al.*, 2011; ELIAS *et al.*, 2015; GAVIRIA *et al.*, 2014).

1.3.2 Tratamento superficial com ácido

O tratamento superficial com ácido consiste na imersão dos implantes em soluções de: (1) HCl (Ácido clorídrico) + H₂SO₄ (Ácido Sulfúrico); (2) HF (Ácido Fluorídrico) + HNO₃ (Ácido Nítrico) ou (3) HNO₃ (KAZIMIERCZAKK & PRZEKORA, 2020). Após o ataque ácido, o implante é novamente imerso em uma solução aquosa de HNO₃, para passivação do óxido de titânio e formação de uma camada de óxido estável (ELIAS, 2011). Através do ataque ácido, é possível controlar a rugosidade, número, tamanho e distribuição dos poros ou texturas em escalas micrométricas e nanométricas (GAVIRIA *et al.*, 2014; ELIAS *et al.*, 2015). Microestruturalmente, estas superfícies modificadas apresentam microrrugosidades, cavidades com bordas definidas, maior área superficial, adequada bioadesão e superfície isotrópica, não havendo direção preferencial das irregularidades destas superfícies. Este tipo de tratamento de superfície melhora a adesão de proteínas, de células osteoprogenitoras e de fibrinas (ELIAS, 2011).

1.3.3 Superfícies jateadas

No tratamento por jateamento, a superfície é bombardeada com partículas de óxido de silício, alumínio, titânio, hidróxido de cálcio ou hidroxiapatita, tornando a superfície metálica irregular (ELIAS, 2011). A rugosidade formada variará de acordo com o tamanho das partículas jateadas, com o tempo e com a pressão do disparador (ELIAS, 2011). Durante este processo, a possibilidade de ocorrer incrustações das partículas utilizadas na superfície do implante, como por exemplo, grânulos de óxidos de silício ou alumínio, se apresenta como uma desvantagem da técnica (ELIAS, 2011; GEHRKE *et al.*, 2018).

1.3.4 Superfícies jateadas e tratadas com ácidos

Após o preparo por jateamento, a superfície pode ser imersa em ácido (seção 1.3.2), que irá remover uma parte da energia atômica da superfície deformada pelo jateamento, porém, parte da tensão residual permanece na superfície do implante (EHRENFEST *et al.*, 2010; ELIAS, 2011).

Uma superfície bastante reconhecida que utiliza este método chama-se SLA (*sandblasted and acid-etched*), que pode ser produzida por jateamento com partículas de óxido de titânio seguido por um banho em HCl (ácido Clorídrico) / H₂SO₄ (ácido sulfúrico), em elevadas temperaturas por vários minutos (ELIAS, 2011). Este tipo de modificação é bastante utilizado e bem documentado na literatura (GEHRKE *et al.*, 2018). Os implantes SLA, da marca Straumann, Alemanha, jateados com areia com posterior ataque ácido, possuem microcavidades com tamanhos entre 1 e 2 micrômetros (ELIAS, 2011). Já nos SLA Active, também da marca Straumann, a superfície é jateada, tratada com ácido e embalada em solução salina (ELIAS, 2011).

1.3.5 Superfícies tratadas com flúor

O contato do implante dental com uma solução de ácido fluorídrico, em uma célula eletroquímica, possibilita a deposição de flúor na superfície do implante, onde o flúor cede um elétron ao titânio, causando sua redução (ELIAS, 2011). Por ter uma das características de natureza bifásica, o flúor produz efeitos benéficos, quando utilizado em baixas concentrações, e efeitos tóxicos, se usado em grandes concentrações (KLIGMAN *et al.*, 2021). O flúor é importante por aumentar a atividade da fosfatase alcalina e a síntese de colágeno. Desta forma, em doses terapêuticas, é capaz de permitir um aumento de volume de osso cortical e trabecular, possuindo uma capacidade osteopromotora, quando usado em doses excessivas, pode levar a promoção de um osso deficiente em ligações cruzadas de colágeno e com maior solubilidade, além de reduzir as propriedades mecânicas de tração do osso. Logo, a alteração iônica da superfície de titânio pode afetar a formação óssea pela modulação das atividades celulares em estágios relativamente iniciais no reparo de feridas ao redor do implante (ELIAS, 2011).

1.3.6 Superfícies tratadas com Spray de plasma

A técnica consiste no recobrimento da superfície do implante com gases ionizados por aspersão térmica com spray de plasma. Este é um dos métodos mais comumente utilizados, em que o emprego de pós, de diferentes substâncias, como Ti ou fosfato de cálcio ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$), aquecidos a altas temperaturas, são projetados na superfície do implante. A espessura do revestimento varia de acordo com o tamanho da partícula, a velocidade, o tempo de impacto, temperatura e distância da ponta do bico (*nozzle*) para a área de superfície do implante, sendo indicada por melhorar o processo de osseointegração (GAVIRIA *et al.*, 2014).

A Hidroxiapatita (HA) também pode recobrir a superfície dos implantes na técnica de spray de plasma, onde poderá fornecer cálcio e fosfato para a formação óssea, atuando como osteocondutor. Até o momento, a nano-hidroxiapatita (Nano-HA) é um dos materiais mais utilizados para revestimento de titânio (KLIGMAN *et al.*, 2021).

1.3.7 Superfícies modificadas por feixe de laser

A superfície do implante irradiada por um feixe de laser produz erosões e uma superfície rugosa (ELIAS, 2011). Por este processo não possuir participação de nenhuma substância química, a superfície é considerada limpa, possui alto grau de pureza, e uma rugosidade suficiente para promover a osseointegração (BRANEMARK *et al.*, 2011; KLIGMAN *et al.*, 2021). Contrariamente, ELIAS (2011) relatou que ao serem submetidas ao laser, as superfícies se tornam macrorrugosas, semelhantes às obtidas por plasma spray, não possuindo microrrugosidades capazes de promover adesão celular.

Espera-se que as características da superfície exibam influência biológica durante a instalação do implante e propiciem uma melhor interação com as células, modificando os mecanismos envolvidos na adsorção e diferenciação celular. Devido a tais argumentos, os tratamentos de superfície por plasma e a laser não estão mais sendo usados, isto é, devido às macrorrugosidades resultantes (ELIAS, 2011).

1.3.8 Superfícies anodizadas

Neste processo de deposição eletroquímica, o implante é imerso em um eletrólito sob aplicação de uma corrente contínua, resultando em microporos de diâmetros variáveis e aumento da camada de óxido (ELIAS, 2011). A anodização

eletroquímica aumenta a espessura do filme de TiO_2 , criando um campo elétrico que induz à oxidação do Ti e o aumento da espessura deste óxido (EHRENFEST *et al.*, 2010; GAVIRIA *et al.*, 2014).

As principais vantagens da técnica de anodização incluem melhor biocompatibilidade, maior adesão e proliferação celular (GAVIRIA *et al.*, 2014). Os implantes anodizados são utilizados para situações críticas como por exemplo para ossos de baixa densidade. (ELIAS, 2011).

1.3.9 Superfície enriquecida com nanopartículas

Neste tipo de tratamento, nanoestruturas podem ser aplicadas sobre a superfície do implante com o uso de partículas de TiO_2 ou HA nanométricas, porém pesquisas relataram que estas nanoestruturas também aparecem espontaneamente (COELHO *et al.*, 2015; ALBREKTSSON & WENNERBERG, 2019). Nesta técnica, ainda podem ser adicionadas ao titânio substâncias como prata (Ag), pectinas, zircônia cúbica, diamante ultra-nanocristalino, nanotubo de carbono (KLIGMAN *et al.*, 2021).

Estas superfícies apresentam um revestimento de biomaterial que induzem à formação e maturação óssea, sendo indicados para ossos de baixa densidade. O processo de deposição de HA era feito por plasma spray e a adesão era fraca, este processo foi extinto e substituído por superfícies com nanoagulhas de HA (ELIAS, 2011).

1.3.9.1 Superfícies biomiméticas

Esta técnica promove a alteração da superfície de metais e polímeros com o intuito de criar um revestimento com propriedades análogas ao tecido ósseo. Nesta técnica são utilizadas soluções semelhantes ao fluido corpóreo fisiológico e condições que imitam o meio fisiológico para prover mineralização (BARRÈRE, 2002).

Logo após a inserção do implante dentário no leito ósseo, ocorre a liberação de fosfato de cálcio no leito cirúrgico promovendo uma saturação destas substâncias na matriz extracelular. A osseointegração do implante dentário é mais rápida com revestimento a base de apatita do que sem esta substância (RIBEIRO *et al.*, 2023).

Quanto mais parecido o revestimento produzido com a fase mineral óssea, maior se torna o biomimetismo do implante dental. A superfície alterada pela técnica biomimética favorece a atividade das células osteogênicas ao entrarem em contato com o revestimento, facilitando assim uma osseointegração mais rápida do implante com o organismo (BARRÈRE, 2002). Inicialmente descrita por KOKUBO (1998), no tratamento biomimético os implantes dentários podem ser revestidos com uma camada de apatita ao serem imersos em um fluido corporal simulado (SBF) (LI *et al.*, 2022).

O método biomimético tem sido alvo de diversos estudos, mostrando seu grande potencial para aplicação em implantes dentais de Ti e suas ligas (RIBEIRO *et al.*, 2013).

Esta técnica é utilizada para obter microtopografias complexas, facilitando a osteocondução, aumentando a área de adesão das fibrinas e favorecendo à adesão celular (ELIAS, 2011). A biomimetização pode ocorrer com a deposição de proteínas

para acelerar reações do hospedeiro e intensificar a integração tecidual. As modificações favorecem à ativação plaquetária, que produzem alto gradiente de citocinas e fatores de crescimento que migram para o sítio de cicatrização. A fibronectina (FN) é uma das principais proteínas de adesão da membrana extracelular e tem sido utilizada no recobrimento dos biomateriais. Esta proteína é essencial na adesão, migração, proliferação, diferenciação e na sobrevivência das células através de contatos focais com os receptores. Os fibroblastos humanos aderem melhor às superfícies de titânio recobertas com fibronectina do que às superfícies sem este recobrimento. Superfícies tratadas com fator de crescimento de fibroblasto (FGF) e fibronectina melhoram a osseointegração, a incorporação de FGF-FN à superfície dos implantes anodizados aumenta tanto a porcentagem de contato osso/implante (BIC) quanto o torque de remoção dos mesmos (ELIAS, 2011).

Implantes revestidos com colágeno/sulfato de condroitina ou colágeno/hialuronano sulfatado (componentes da matriz extracelular) demonstraram aumentar a maturação óssea quando comparados com implantes sem este revestimento (KLIGMAN *et al.*, 2021).

1.3.9.2 Superfícies tratadas por fotofuncionalização

A radiação Ultravioleta (UV) é categorizada em três tipos: UVA (ultravioleta A), UVB (ultravioleta B) e UVC (ultravioleta C), de acordo com seu comprimento de onda (YEO, 2019).

Neste tipo de tratamento, ondas UVA, com frequência de 320-400 nm e UVC, 200- 280 nm, aumentaram a hidrofiliabilidade da superfície do titânio, permitindo deste modo um aumento da adesão e proliferação de células osteogênicas e adsorção de proteínas. O tratamento de superfície anodizado seguido por tratamento com UV

evidenciou uma redução na adesão de *S. mutans*, *S. salivarius* e *S. sanguis*, enquanto aumentava a atividade metabólica celular, incluindo proliferação e diferenciação de células ósseas (KLIGMAN *et al.*, 2021).

1.4 LIBERAÇÃO DE PARTÍCULAS

O principal objetivo das pesquisas em implantodontia é projetar novos materiais com propriedades que acelerem a osseointegração e permitam o uso em situações variadas, influenciando diretamente na longevidade do tratamento e na redução de riscos (SMEETS *et al.*, 2016).

Neste contexto, no momento da inserção no sítio cirúrgico, a superfície do implante dentário pode sofrer alterações em suas estruturas químicas e topográficas, liberando partículas de titânio de diferentes tamanhos bem como outras substâncias (SENNA *et al.*, 2015). A instalação de implantes com torque excessivo durante a inserção pode causar um aumento da resposta inflamatória e, em alguns casos, até necrose nas áreas circundantes do Implante (SCARANO *et al.*, 2011). Consequentemente, se a superfície do implante for alterada, degradada ou dissolvida pelos efeitos de substâncias ácidas, a camada de óxido de titânio pode ser perdida e os fenômenos de corrosão podem se iniciar. Os implantes dentários, quando inseridos na cavidade oral, são expostos a diversos eventos mecânicos, químicos e microbiológicos adversos, podendo levar a um processo complexo de degradação. Outro fator importante, é que, devido à mastigação, os implantes são submetidos a forças axiais e oblíquas, gerando micromovimentos que podem induzir o desgaste do implante e do componente protético. Assim sendo, os implantes dentários são expostos a um ambiente agressivo, incluindo a saliva e produtos tóxicos bacterianos, e essas ações simultâneas de desgaste e corrosão, conhecidas como tribocorrosão,

são “um fenômeno de degradação que está sujeito à ação combinada de fatores tribológicos e eventos corrosivos (químicos e/ou eletroquímicos) influenciados pela variação das condições mecânicas de contato (carga e velocidade) e da natureza do ambiente (pH, umidade e bioquímica) e pode influenciar o desempenho geral dos implantes dentários” (BARBIERI *et al.*, 2017).

Quando o implante dentário é inserido no sítio cirúrgico, ocorrem movimentos de fricção na interface osso-implante e o bloqueio mecânico inicial, resultando em interações entre a superfície óssea e as roscas e paredes do implante. Como resultado desta inserção, ocorrem microfraturas e compressão na interface óssea, enquanto na superfície do implante esta combinação de forças de torção e fricção, podem alterar a superfície original do implante (GUAN *et al.*, 2011). Na maioria das superfícies dos implantes, quando expostas ao desgaste e ao desprendimento de partículas, durante a inserção, a ponta das roscas e o flanco inferior das roscas ficam mais expostos, enquanto a microestrutura do ápice é menos exposta na preparação convencional do sítio do implante (SALERMO *et al.*, 2015).

As superfícies dos implantes com modificações subtrativas parecem sofrer menos desgaste e liberação de partículas do que as superfícies com modificações aditivas. O reestabelecimento da camada danificada de TiO_2 é superior para superfícies com modificações subtrativas (DEPPE *et al.*, 2015). Alterações superficiais foram claramente encontradas apenas em implantes anodizados, pois seções da espessa camada de óxido foram removidas, principalmente nos topos das roscas e na região apical, associadas a partículas soltas de titânio (MINTS *et al.*, 2014).

2. JUSTIFICATIVA

As alterações topográficas na superfície dos implantes dentais, com diferentes tratamentos, objetivam acelerar a formação óssea, influenciando diretamente o comportamento das células em termos de adesão, proliferação e diferenciação. Neste contexto, diferentes modificações macroestruturais e microestruturais no *design* dos implantes dentários são disponibilizadas no mercado. Em relação às superfícies dos implantes, são relatadas alterações topográficas, na composição química, na carga de superfície e na energia de superfície

Logo, ressalta-se a importância em verificar a ocorrência de alterações de superfície em implantes dentais após a instalação no leito ósseo. Este trabalho visou analisar implantes comerciais da marca S.I.N., (São Paulo, Brasil) sem tratamento de superfície submetidos ao tratamento de superfície biomimética para deposição de revestimento de fosfato de cálcio (Bio-CaP), comparando com o revestimento comercial HAnano®. Em adição, foram caracterizadas as modificações de superfície dos implantes com revestimento de Bio-CaP após a instalação *em* superfícies ósseas *in vitro/ex vivo*.

3. OBJETIVO(S)

O objetivo deste estudo foi avaliar implantes dentais de titânio revestidos com fosfato de cálcio por método biomimético (Bio-CaP), antes e após a instalação em estruturas ósseas *in vitro* e *ex-vivos*, correlacionando com as diferentes macrogeometrias e investigando a integridade do revestimento após a inserção no leito ósseo fresado.

3.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos são:

- 1 – Revestir implantes dentais de diferentes macrogeometrias com fosfato de cálcio por método biomimético (Bio-CaP);
- 2 - Caracterizar a microestrutura superficial dos implantes dentais com e sem revestimento de Bio-CaP antes da instalação em osso bovino;
- 3 - Caracterizar a microestrutura superficial dos implantes dentais comerciais com revestimento HAnano® e comparar com os implantes experimentais com revestimento de Bio-CaP;
- 4 - Caracterizar a microestrutura superficial dos implantes dentais com revestimento de Bio-CaP após a instalação em osso bovino.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 PREPARO DOS CORPOS DE PROVAS

O Projeto de pesquisa foi submetido ao comitê de ética e pesquisa em animais da Universidade do Grande Rio (UNIGRANRIO), sob o número CEUA 059/2023.

Foram utilizados 10 corpos de provas (CPs) ósseos obtidos de 05 costelas bovinas comercializados em rede de supermercados varejista (Mercado DELLI LTDA, SITUADO EM AVENIDA PRESIDENTE VARGAS, 189, DUQUE DE CAXIAS, RJ – CNPJ 34.128.741/0001-74).

As costelas bovinas foram seccionadas no plano transversal com discos de corte diamantado (Cortag; Mogi Mirim/SP – BRASIL). Em seguida, os CPs foram seccionados longitudinalmente com ± 2 mm de profundidade, originando uma canaleta para orientar a fratura no CP, para o desprendimento dos implantes, após a sua inserção.

4.2 IMPLANTES E SUPERFÍCIES AVALIADAS

Para este estudo foram utilizados 30 implantes 3,5 mm x 10 mm com conexão protética do tipo Cone Morse (CM) da marca comercial S.I.N (São Paulo, SP, Brasil). Inicialmente foram avaliadas as macrogeometrias e os preparos de superfície dos seguintes implantes dentários (Tab. 1):

A – Unitite prime (n: 1): produzidos em titânio comercialmente puro (Grau 4), possuem macrogeometria híbrida (roscas externas que tocam o tecido ósseo e roscas internas que não tocam este tecido), com microrroscas cervicais e acoplamento protético do tipo CM. A superfície do implante é composta por uma camada ultrafina de

hidroxiapatita (HAnano®) (Disponível em [2022/12/Catalogo_Unitite_PTBR_01_2024_Web.pdf](https://sin2022.s3.us-west-2.amazonaws.com/2022/12/Catalogo_Unitite_PTBR_01_2024_Web.pdf) (sin2022.s3.us-west-2.amazonaws.com), acessado em 30/06/2024).

B - Strong SW Plus (n: 1): produzidos em titânio comercialmente puro (Grau 4), possuem macrogeometria híbrida, com microrroscas cervicais e acoplamento protético do tipo Cone Morse. A superfície do implante é composta por uma camada ultrafina de hidroxiapatita (HAnano®). Possui roscas trapezoidais ultra rosqueável aumentando a estabilidade primária, possuindo plataforma tipo *switching*. (Disponível em sin2022.s3.us-west-2.amazonaws.com/2022%2F12%2FCatalogo_StrongSW_PTBR_01-2024_Web.pdf, acessado em 30/06/2024)

C - Epikut Plus (n: 1): produzidos em titânio comercialmente puro (Grau 4), possuem macrogeometria híbrida, com microrroscas cervicais, roscas duplas de apoio invertido e acoplamento protético do tipo Cone Morse. A superfície do implante é composta por uma camada ultrafina de hidroxiapatita (HAnano®). (Disponível em [2022/11/Catalogo_Epikut_PTBR_01_2024_WEB.pdf](https://sin2022.s3.us-west-2.amazonaws.com/2022/11/Catalogo_Epikut_PTBR_01_2024_WEB.pdf) (sin2022.s3.us-west-2.amazonaws.com), acessado em 30/06/2024).

D – Implantes sem tratamento de superfície (ISTT): foram utilizados um total 27 implantes, onde em um primeiro momento foram utilizados 3 implantes (1 de cada grupo) para análise quanto a sua microestrutura superficial, para análise comparativa. O restante, ou seja, 24 implantes, das linhas de produção Strong (n: 8), Epikut (n: 8) e Unitite (n: 8), foram submetidos ao tratamento químico e térmico e novamente foram retirados 3 implantes, 1 de cada grupo, para caracterização. Os demais (n: 21) foram utilizados para deposição do revestimento de fosfato de cálcio por método biomimético (Bio-CaP).

O implante Unitite comercial é disponibilizado em três diâmetros, *compact*, *slim* e *prime*, nesta pesquisa todos os implantes utilizados foram *prime*, a fim de facilitar a nomenclatura, no grupo ISTT o descreveremos como Unitite somente e não Unitite *prime*.

Tabela 1 – Linhas de implantes aplicados no estudo.

Linha dos implantes / Grupos	Macrogeometria	Superfície	Tipo de preparo da superfície
HAnano®/Unitite Prime	Formato híbrido, região cervical com microrroscas e platôs na região cervical.	Rugosidade moderada	HAnano®
HAnano®/Strong SW Plus	Formato híbrido e região cervical com microrroscas. Roscas trapezoidais profundas com maior espaçamento.	Rugosidade moderada	HAnano®
HAnano®/Epikut Plus	Formato híbrido e região cervical com microrroscas. Roscas duplas de apoio invertido	Rugosidade moderada	HAnano®
ISTT/Strong		Sem tratamento superficial	
ISTT/Epikut		Sem tratamento superficial	
ISTT/Unitite		Sem tratamento superficial	

4.3 SUPERFÍCIES BIOMIMÉTICAS

As etapas de Tratamento de Superfície Químico e Térmico (TSQT) e preparo da Solução Simplificada (SS) foram conduzidas no Laboratório de Tecnologia de Pós (LATEP) do Instituto Nacional de Tecnologia (INT).

Os grupos ISTT, dos implantes sem tratamento de superfície, removidos das linhas de produção Strong, Epikut e Unitite, foram submetidos à modificação de superfície, através do seguinte protocolo descrito abaixo.

4.3.1 Tratamento Químico e Térmico de Superfície (TSQT)

Os grupos ISTT, foram submetidos a um tratamento de superfície químico e térmico (TSQT), para então seguirem para o processo de revestimento biomimético em solução saturada com íons de fosfato e cálcio por 21 dias (RIBEIRO *et al.*, 2013).

Inicialmente, os implantes foram limpos em ultrassom (Maxiclean 750A, Unique) com detergente neutro (Extran) e água destilada, por 10 min, posteriormente foram lavados com água destilada e acetona e depois seguiram para acondicionamento em estufa (QUIMIS) a 60°C por 60 minutos. Na figura abaixo podemos visualizar a etapa de limpeza das amostras antes do tratamento químico e térmico (Figura 1).



Figura 1 - Limpeza das amostras. Seleção dos implantes (a) seguido pela limpeza em ultrassom (B e C) e posteriormente secos em estufa (D).

Em seguida, os implantes foram submetidos ao TSQT realizado com NaOH 1M (Sciavicco Comercio e Indústria LTDA), em autoclave (reator) acondicionada em estufa (NOVATECNICA - EQUIPAMENTOS PARA LABORATÓRIO) à 130°C por 24h, visando à ativação da superfície do titânio e assim promovendo a formação do

composto de titanato de sódio (RIBEIRO *et al.*, 2013). Em seguida, a solução com NaOH foi drenada, os implantes foram removidos da autoclave e acondicionados em placa de vidro para secagem em estufa (QUIMIS) a 200°C por 60 minutos (RIBEIRO *et al.*, 2013).

Na figura abaixo podemos visualizar os implantes após serem submetidos ao TQT (Figura 2).

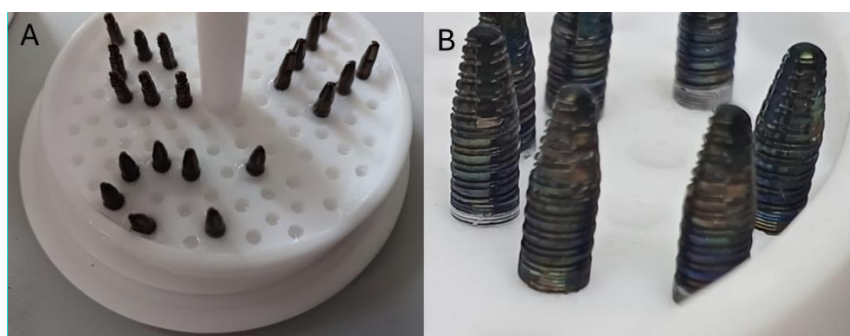


Figura 2 – Implantes após o tratamento químico e térmico. Implantes no porta amostras da autoclave (A) e fotomicrografia dos implantes em maior aumento (B), percebe-se a mudança macrovisual da superfície.

4.3.2 Preparo da Solução Simplificada (SS) para Deposição do Revestimento de Fosfato de Cálcio

Nesta primeira etapa foi preparada a Solução Simplificada (SS) com base em trabalho de RIBEIRO *et al.*, (2013), obedecendo a seguinte composição (g./l.) diluídas em água milliQ: CaCl_2 (Lab. Merck) / $2\text{H}_2\text{O}$ (0.37 g/l) e Na_2HPO_4 (Lab. Merck) / $2\text{H}_2\text{O}$ (0.36 g/l).

A solução foi preparada sob agitação constante (agitador magnético, IKA agitadores magnéticos, Ret Basic, Campinas, SP) a 37°C por 10 minutos, até a completa homogeneização. O pH foi ajustado para pH 7 com o auxílio de um pHmetro sendo adicionado $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (PROQUIMIOS) quando acidificado ou HCl 1M quando básico. Ao concluir a mistura da SS, esta foi transferida para um balão volumétrico e

completado com água destilada até completar um litro. Esta SS foi armazenada em um frasco plástico (polietileno) para evitar precipitação do material.

A figura 3 demonstra cada etapa da preparação da SS utilizada para depositar o revestimento de fosfato de cálcio pelo método biomimético sobre a superfície dos implantes submetidos ao TSQT previamente.



Figura 3 - Preparo da solução simplificada. Solução de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (A); solução de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (B), mistura dos reagentes mantida sob agitação magnética sob controle de temperatura (C) e solução final (D).

Previamente, todo o material utilizado, para o preparo da solução (SS), foi limpo com solução de HNO_3 25% (Lab. Dinâmica Química) a fim de remover possíveis contaminantes. Em sequência, foram enxaguados com água destilada, álcool 70% e secos sobre bancada em temperatura ambiente (RIBEIRO *et al.*, 2013).

4.3.3 Deposição do revestimento de fosfato de cálcio pelo método biomimético

Em sequência, os implantes foram imersos na SS dentro da autoclave. A fim de garantir a não saturação da solução, as soluções SS foram trocadas a cada 2 dias, até completar o 21º dia em estufa a 37°C.

Terminado o período de deposição de 21 dias do filme biomimético, os implantes com revestimento de fosfato de cálcio (Bio-CaP) foram lavados com água destilada para eliminação dos reagentes precursores que não reagiram, secos em

temperatura ambiente e colocados em dessecador (fig. 4) com controle de umidade e temperatura, até o momento da utilização.



Figura 4 - Dessecador com os implantes dentais revestidos com fosfato de cálcio depositado pelo método biomimético (Bio-CaP).

Na figura 5, observamos o fluxograma das etapas a que foram submetidos os ISTT.

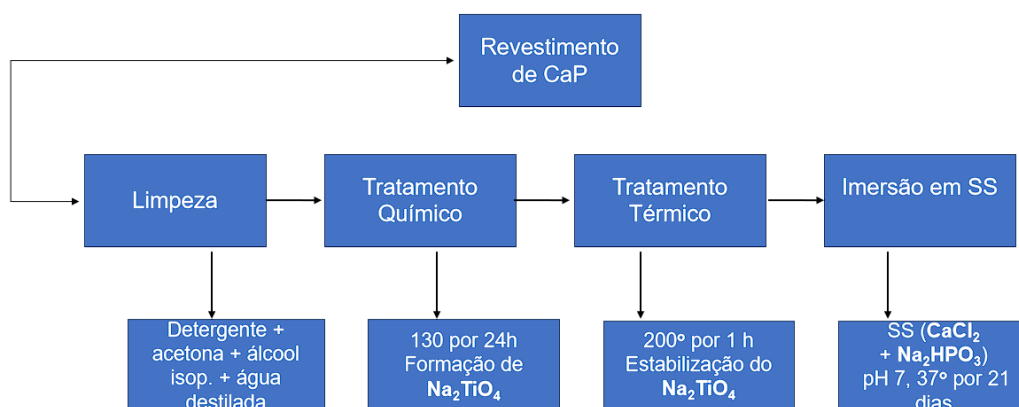


Figura 5 - Fluxograma das etapas realizadas para a deposição do revestimento de fosfato de cálcio pelo método biomimético (Bio-CaP) na superfície dos implantes dentários.

4.3.4 Cálculo amostral para a deposição do revestimento biomimético

Para a definição de tamanho de amostra a ser empregada, foi utilizado o Power Analysis ou Power Test, diferença entre 2 Médias com Grupos Independentes (Teste t). Esta análise permitiu estimar o tamanho de amostra ideal para detectar, com confiança, um dado efeito que seja considerado relevante para o estudo. Os

parâmetros de porosidade média de $61,38 \mu\text{m} \pm 0.04$ (RIBEIRO *et al.*, 2013) foram empregados no cálculo amostral (http://calculoamostral.bauru.usp.br/calculoamostral/ta_diferenca_media_independente.php), revelando na análise um mínimo amostral de $n = 1$, para cada condição. Mediante ao número mínimo amostral determinado, os ensaios foram estimados para um número amostral maior (Tab. 2).

Tabela 2 – Disposição amostral do número de implantes para deposição do revestimento de fosfato de cálcio por método biomimético.

Implantes sem modificação superficial Grupos	Tempo de imersão na Solução Simplificada 21 (dias)
ISTT/Strong	n: 8
ISTT/Epikut	n: 8
ISTT/Unitite	n: 8

4.4 AVALIAÇÃO PRÉVIA DE SUPERFÍCIE E DE MACROESTRUTURA

4.4.1 Microtomógrafo 3D

Inicialmente, os implantes comerciais HAnano®/Strong SW Plus (n:1), HAnano®/Epikut Plus (n:1), HAnano®/Unitite Prime (n:1) seguiram para escaneamento no microtomógrafo computadorizado (μCT) 3D SkyScan 1174 (Bruker- μCT , Kontich, Bélgica), pertencente ao Laboratório de Biomateriais da UNIGRANRIO. As imagens foram reconstruídas e processadas nos programas NRecon, Dataviewer, CTan (SkyScan, Kontich, Bélgica) a fim de verificar a macrogeometria dos implantes: ângulo das roscas e design das roscas (rosca trapezoidal; rosca arredondada; rosca triangular e rosca quadrada) (Tab. 3).

4.4.2 Difração de raios X com incidência rasante (GIXRD)

Por se tratar de uma fina camada superficial, foi empregada uma técnica em que os raios incidentes são de baixo ângulo (rasante), permitindo uma melhor caracterização das amostras que tiveram suas superfícies modificadas.

As análises de difração de raios-X com incidência rasante (GIXRD) para determinação das fases cristalinas ocorreram no Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), Rio de Janeiro/RJ, utilizando um Difrator Philips-Panaytical-Empyrean. Este aparelho conta com um gerador de raios-X, cuja fonte de radiação monocromática é de Cu K α ($\lambda=1,54 \text{ \AA}$), foram utilizados uma tensão de 45 kV e corrente de 40 mA. A varredura das amostras se deu no intervalo 2θ de 20° a 90° , sendo empregado um passo de $0,1^\circ$ por segundo e tempo de leitura de 4 segundos, o ângulo de incidência empregado foi de 3° . Para a identificação das fases cristalinas presentes nos difratogramas de DRX, foram utilizadas as fichas de padrões contidas no ICDD – *International Center for Diffraction Data* (2000 e 2004).

Foram analisadas 12 amostras no total, conforme os grupos descritos abaixo (Tab.3):

Grupo 1 – Implantes dentais sem modificação de superfície (controle): ISTT/Strong (n: 1), ISTT/Epikut (n: 1) e ISTT/Unitite (n: 1);

Grupo 2 – Implantes dentais com tratamento químico e térmico (TSQT): nesta avaliação foram avaliados os implantes removidos após a etapa de TSQT, sem a deposição do revestimento de fosfato de cálcio por método biomimético, TSQT/Strong (n: 1), TSQT/Epikut (n: 1) e TSQT/Unitite (n: 1);

Grupo 3 – implantes dentais comerciais com revestimento de HAnano[®]: HAnano[®]/Unitite Prime (n: 1), HAnano[®]/Strong SW Plus (n: 1) e HAnano[®]/Epikut Plus (n: 1), avaliados anteriormente no μ CT, e

Grupo 4 – implantes dentais com revestimento de fosfato de cálcio depositado por método biomimético: Bio-CaP/Strong (n: 1), Bio-CaP/Epikut (n: 1) e Bio-CaP/Unitite (n: 1).

4.4.3 Perfilometria

Decorrida a etapa de Difração de raios X, os mesmos espécimens (Tab.3) seguiram para a etapa de perfilometria. Para caracterizar a rugosidade média (Ra) de cada amostra, sob magnificação de 500X, foi utilizado um microscópio óptico de Varredura Confocal (Alicona InfiniteFocus®GmbH Dr.-Auner S^arasse 21a A-8074 Raaba/Graz, pertencente ao Laboratório de Corrosão e Proteção (LACOR), da Divisão de Corrosão e Degradação (DICOR) do INT.

Seguindo a mesma disposição de agrupamento amostral descrito na etapa de análise por Difração de raios X. O perfil de rugosidade foi avaliado em um campo de cada grupo na câmara de compensação (CC) da região do terço apical dos implantes.

4.4.4 Microanálise elementar

Decorrida a etapa de Difração de raios X e Perfilometria, os mesmos espécimens (Tab. 3) seguiram para a etapa de microanálise química elementar em microscópio eletrônico de varredura (MEV/EDS) no Centro de Caracterização em Nanotecnologia para Materiais e Catálise (CENANO) do Instituto Nacional de Tecnologia. A análise foi realizada por espectrometria por dispersão de energia de raios X (energy dispersive X-Ray spectrometer - FEG QUANTA 450 FEG (FEI EUROPE B.V., EDINHOVEN, Netherlands), equipado com EDS X-Max/OXFORD INSTRUMENTS modelo 51-XX0005, possibilitando a determinação da composição

química elementar qualitativa e semiquantitativa dos espécimens e descritiva, através das imagens obtidas no MEV-FEG. Nesta etapa, foram analisados 2 campos de interesse em 2 regiões no terço apical dos implantes, no TR e na CC. Para esta etapa foi utilizado um implante de cada grupo (Tab. 3).

Os mesmos implantes seguiram para a análise no MEV-FIB (Focused Ions Beam, FIB) (Helios NanoLab DualBeam G3 CX, FEI Europe B.V., Edinhoven, Netherlands), utilizando a Técnica de Feixe de Íons Focalizado para realização de corte em trincheira, com o feixe de íons (Ga^+), a uma profundidade de 5 μm , na superfície da CC e da TR, variando a inclinação da superfície das amostras entre 52° e 64° em relação ao eixo do feixe de elétrons. Em cada região de interesse, CC e TR, foram realizadas 5 medições da espessura do revestimento.

Como preparo prévio, foi realizada a metalização das amostras com um filme de platina (Pt) de 15 μm de espessura com um aparelho EMITECH K550X, a fim de tornar a superfície condutora, delimitar a região a ser avaliada e proteger a superfície durante o processo de preparo (desgaste), com o objetivo de preservar a camada do revestimento a ser avaliada.

Tabela 3 – Grupos de linhas de implantes e técnicas microscópicas utilizadas para a caracterização prévia.

Sequência de análise	Avaliação prévia da macrogeometria μ CT	Avaliação prévia de superfície MEV e MEV- EDS	Perfilometria	Difração de raios X	Avaliação prévia da microestrutura FIB
HAnano®/Unitite Prime		n = 1			
HAnano®/Strong SW Plus		n = 1			
HAnano®/Epikut Plus		n = 1			
Bio-CaP/Strong		n = 1			
Bio-CaP/Epikut		n = 1			
Bio-CaP/Unitite		n = 1			
TQT/Strong		n = 1			
TQT /Epikut		n = 1			
TQT /Unitite		n = 1			
ISTT/Strong		n = 1			
ISTT/Epikut		n = 1			
ISTT/Unitite		n = 1			

4.5 INSTALAÇÃO DOS IMPLANTES DENTAIS EM SUPERFÍCIES ÓSSEAS

4.5.1 Instalação de implantes com revestimento de Bio-CaP

Nesta etapa, todos os implantes dentais com revestimento de Bio-CaP foram instalados nos CPs ósseos (CPsBone) (Tab. 4). As perfurações nos CPsBone foram realizadas a uma velocidade rotacional entre 800 a 1.200 RPM com contra ângulo Q2 (Gnatus - São Paulo, Brasil) com torque controlado de 25 a 60N e motor cirúrgico (Smart Torque Control, Driller – São Paulo, Brasil), que fornece o torque em que o implante foi inserido. As sequências de fresagens foram realizadas como preconizada pela empresa (S.I.N), sob irrigação constante com água destilada. Um único operador, especialista em implantodontia, realizou a instalação dos implantes nos CPs, a nível infra ósseo entre 1,5 e 2,5 mm. Nos espécimens onde o torque

excedeu 60 N, as instalações foram complementadas manualmente com o auxílio de um torquímetro (Tab. 5).

Tabela 4 – Grupos utilizados no ensaio de instalação dos implantes dentais com revestimento de fosfato de cálcio depositado por método biomimético (Bio-CaP).

Grupos amostrais	Número de implantes dentais utilizados para instalação	Número de CPsBone utilizados
Bio-CaP/Strong.	n = 3	n = 3
Bio-CaP/Epikut.	n = 3	n = 3
Bio-CaP/Unitite.	n = 3	n = 3

Na tabela 5 podemos verificar a sequência de instalação das amostras nos CPsBone e o torque final obtido. Analisados os torques finais, foi eleito 1 implante de cada grupo com maior proximidade de torque final de instalação para seguir para as análises microtomográficas e de superfícies no MEV/FIB.

Tabela 5 – Instalação dos implantes nos corpos de provas e torque final.

Amostra	Instalação Motor (Mot)	Instalação Torquímetro (Toq)	Travamento Final
1-BIO/CAP Epikut **	+		65N
2- BIO/CAP Epikut	+		50N
3- BIO/CAP Epikut	+		65N
4- BIO/CAP Strong **	+		65N
5- BIO/CAP Strong		+	80/60N (Mot/Toq)
6- BIO/CAP Strong		+	30N
7- BIO/CAP Unitite		+	80/45N (Mot/Toq)
8- BIO/CAP Unitite		+	65/45N (Mot/Toq)
9 - BIO/CAP Unitite **	+		65N

** = amostras encaminhadas para análises no MEV-FIB

Após as instalações, todos os CPsBones com os implantes instalados foram acondicionados a -18 °C.

4.5.2 Análises após instalações dos implantes com revestimento de fosfato de cálcio depositado por método biomimético (Bio-CaP).

4.5.2.1 Microtomógrafo 3D

Objetivando analisar o intertravamento dos implantes dentais e a densidade mineral óssea do leito cirúrgico, os implantes Bio-CaP instalados, com mesmo torque final de instalação, Bio-CaP/Strong (n = 1), Bio-CaP/Epikut (n = 1) e Bio-CaP/Unitite (n = 1) seguiram para escaneamento no μ CT 3D SkyScan 1174, pertencente ao Laboratório de Biomateriais da UNIGRANRIO. As imagens foram reconstruídas, processadas e analisadas nos programas NRecon, Dataviewer, CTan (SkyScan, Kontich, Bélgica), sendo analisada a densidade mineral óssea (BDM) média da região óssea periférica aos implantes.

4.5.2.2 Remoção dos implantes com revestimento de Bio-CaP dos corpos de prova ósseos

Em sequência, os implantes com revestimento de Bio-CaP foram separados dos CPsBone, a partir da linha guia de fratura no osso, realizada previamente para facilitar a remoção dos mesmos. A fim de garantir a preservação da superfície dos implantes, a fratura foi realizada cuidadosamente com o auxílio de um cinzel e martelo, originando três áreas em cada CP: duas superfícies ósseas fresadas e um implante dental, após o contato com as paredes intraósseas.

Na figura 6 abaixo, podemos avaliar as imagens das alturas e espessuras dos CPs (Fig. 6 A e A1), dos implantes sendo instalados no CP (Fig. 6 B) e da separação dos implantes dos CPs (Fig. 6 C e C1). Posteriormente à remoção, os implantes com revestimento de Bio-CaP foram rinsados com água destilada para a

remoção do excesso de matéria orgânica (Fig. 6 D) e, em seguida, secos em estufa (QUIMIS) a 60°C por 60 minutos.

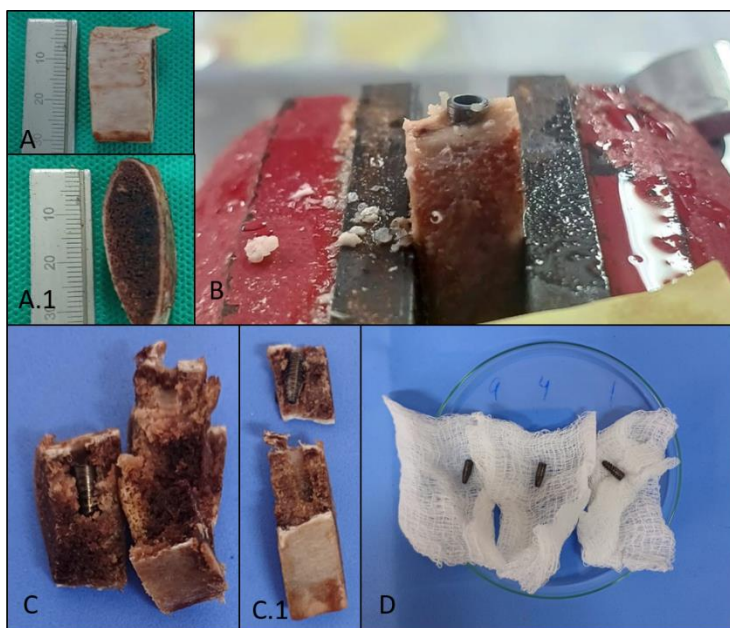


Figura 6 - Sequência de instalação dos implantes com revestimento de Bio-CaP em osso bovino. CPsBone face cortical (A) e medular (A.1). Momento de instalação dos implantes Bio-CaP (B), da secção óssea (C e C.1) e após a remoção dos implantes (D).

4.5.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com Feixe de Íons Focalizado (FIB)

Nesta etapa, um implante de cada grupo (Bio-CaP/Strong, Bio-CaP/Epikut e Bio-CaP/Unitite) foi analisado no MEV-FIB (Técnica de Feixe de Íons Focalizado, FIB) pertencente ao CENANO/INT, seguindo a mesma metodologia das análises prévias das superfícies no MEV-FIB, antes das instalações em osso bovino (seção 4.4.4). Em adição, nesta etapa os implantes foram analisados no MEV-FIB com a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV/EDS) acoplado com EDS-AMETEK, EDAX, Octane Pro 10mm² área ativa.

No terço apical e médio de cada implante Bio-CaP, as análises ocorreram na CC, no vale de rosca (VR) e o TR. Em cada região foram analisados 3 campos de interesse, como descrito na etapa de análise prévia, antes da instalação em osso

bovino (seção 4.4.4). As amostras foram metalizadas com platina como descrito anteriormente.

4.6 DUREZA / MICRODUREZA

A densidade mineral óssea é um dos parâmetros que influencia na estabilidade primária dos implantes dentários. Existem diversas classificações de densidades ósseas e uma das mais utilizadas é a de Misch, segundo este autor a classificação foi dividida em cinco grupos baseados nas características macroscópicas do osso cortical e trabecular (medular) (Misch, 2011).

D1 Osso cortical espesso com pouco osso trabecular.

D2 Osso cortical denso associado com osso medular grosso.

D3 Osso cortical e medular finos.

D4 Osso trabecular fino.

D5 Osso não mineralizado.

Logo podemos concluir que de acordo com a densidade óssea teremos forças de compressão e cisalhamento diferentes sobre a superfície dos implantes dentários.

Dureza é uma propriedade mecânica utilizada para verificar a resistência de um material ao ser deformado, indentado ou penetrado. Assim como para o módulo de elasticidade, a dureza do implante deve ser próxima a do osso com o qual está em contato direto, pois caso haja grande diferença, o material mais duro pode acabar penetrando no de menor dureza (HUDECKI; KIRYCZYŃSKI e ŁOS, 2019). No ensaio de penetração, um indentador é pressionado contra a superfície de um material a ser testado, uma impressão será produzida de acordo com a geometria do indentador (GONTARSKI *et al.*, 2021).

Existem diversos tipos de parâmetros de dureza e o teste Vickers utiliza os mesmos princípios da dureza Brinell. Este teste utiliza uma pirâmide de base

quadrada que é pressionada sob uma carga específica sobre a superfície polida de um material (ANUSAVICE *et al.*, 2013).

Além da dureza convencional (brinell, Vickers e Rockwell) existe a possibilidade de se obter a microdureza também. A principal diferença entre a dureza convencional e a microdureza está na intensidade da carga utilizada. Na convencional é utilizada carga de até 3000 kgf, nos testes de microdureza a carga máxima é de 1,0 kgf. A indentação deixada na amostra pelo penetrador só pode ser observada em escala microscópica (ELIAS, 2007).

O corpo de prova (CP) de osso bovino foi caracterizado quanto a sua microdureza em aparelho Ultra Microdurômetro Leco/ modelo M-400-G1 no Laboratório de Caracterização de Propriedades Mecânicas e Microestruturais (LACPM) no INT. Este aparelho possibilita a obtenção do valor de dureza Vickers (HV) do material, além do módulo elástico do local indentado. Os parâmetros utilizados seguiram a norma ASTM E 384-17 (Standard Test Method for Microhardness of Material).

Foram aplicadas cargas máximas de 300 gf (3N) a uma velocidade de 15 $\mu\text{m/s}$ para um total de 5 indentações. Após a aplicação de carga máxima, esta foi mantida por 10 s sobre a amostra. Para visualização da marca das indentações, utilizou-se de lente de 50x de ampliação (ultramicrodurômetro acoplado a um microscópio ótico).

A dureza Vickers é expressa pela fórmula $HV=1854,4(F/d^2)$ Kgf mm^{-2}
Onde:

F é a carga de indentação expressa em gf ou kgf, de acordo com a intensidade da carga; d é a média das diagonais d_1 e d_2 da pirâmide do indentador expressa em μm .

5. RESULTADOS

5.1 AVALIAÇÃO DA SUPERFÍCIE DOS IMPLANTES COMERCIAIS COM REVESTIMENTO DE HAnano®

5.1.1 Macrogeometria

A eletromicrografia dos implantes demonstrou diferenças macrogeométricas entre as linhas de implantes avaliadas. Os implantes HAnano®/Epikut Plus (Fig.7 C.2) e HAnano®/Strong SW Plus (Fig.7 A.2) apresentaram uma macrogeometria híbrida, com corpo cilíndrico e ápice cônico. Já o implante HAnano®/Unitite Prime revelou uma macrogeometria híbrida diferenciada (Fig.7 B.2), intercalando roscas externas, de maior espessura, e roscas internas, de espessura reduzida nas câmaras de cicatrização, além de uma câmara de cicatrização na ponta ativa (Fig.7 B e B.1). O implante HAnano®/Epikut Plus apresentou roscas duplas de apoio invertido (Fig.7 C e C.1) com *design* cortante e compressivo, enquanto o implante HAnano®/Strong SW Plus apresentou roscas trapezoidais e câmara de cicatrização na ponta ativa (Fig.7 A e A.1). Os três grupos apresentaram em comum micro roscas cervicais.

Na análise microtomográfica foi possível verificar diferenças na ponta ativa dos implantes. No implante HAnano®/Epikut Plus foi verificado um chanfro atarraxante, finalizado com roscas de apoio invertido (Fig.7 C.2 e C.3), enquanto no implante HAnano®/Strong SW Plus observou-se um extremo apical chanfrado, possuindo na região central da ponta ativa uma plataforma com uma terminação em chanfro nas extremidades, e três câmaras de cicatrização apical (Fig.7 A.2 - A.4). Já o implante HAnano®/Unitite Prime, também revelou possuir três câmaras de cicatrização na ponta ativa, diferenciando-se a região do extremo apical, por possuir um *design* arredondado (Fig.7 B.2 - B.4).

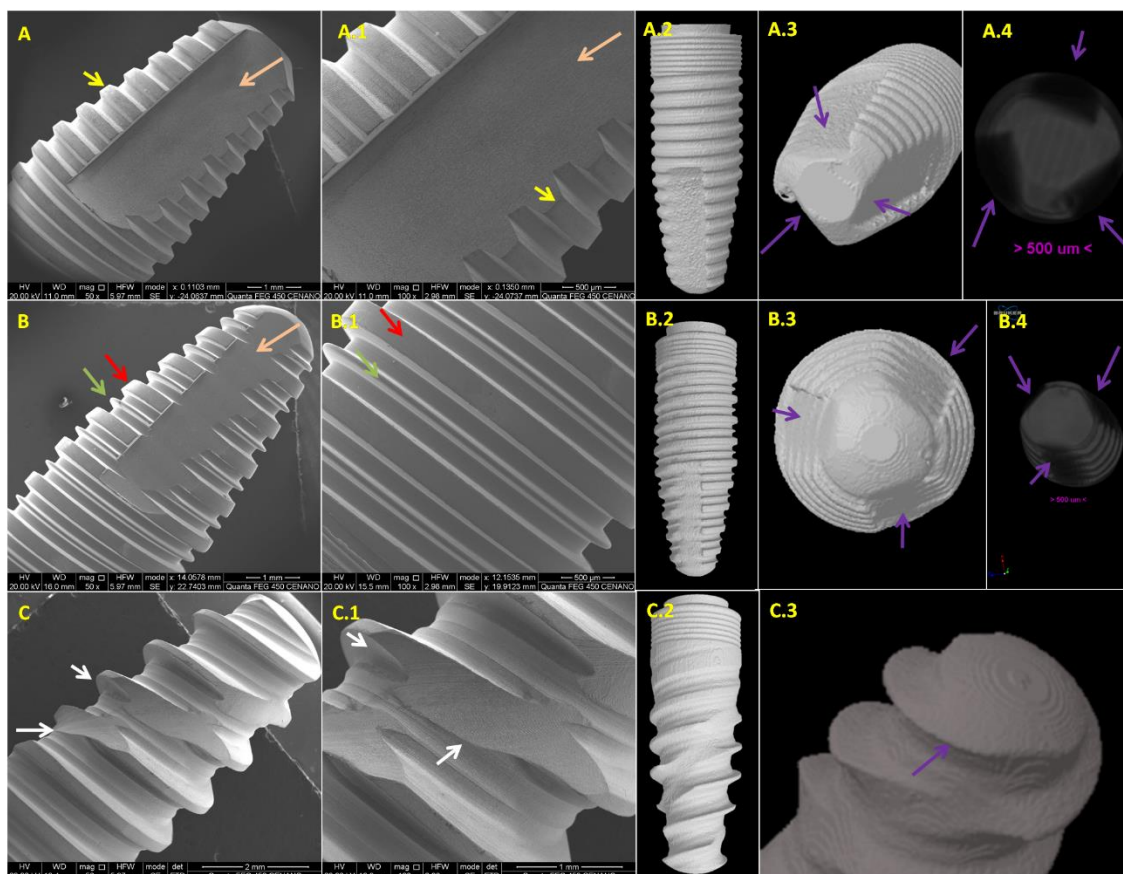


Figura 7 – Macrogeometria dos implantes comerciais S.I.N. com revestimento de HAnano®. Imagens obtidas no MEV dos implantes HAnano®/Strong SW Plus com roscas trapezoidais (A e A.1, setas amarelas); HAnano®/Unitite Prime, com roscas externas (setas vermelhas) e roscas internas (setas verdes) (B e B.1) e HAnano®/Epikut Plus com roscas duplas de apoio invertido (C e C.1, setas brancas). As setas laranjas demonstram a câmara de compensação no implante HAnano®/Strong SW Plus (A e A.1) e HAnano®/Unitite. Microtomografia do implante HAnano®/Epikut Plus (C.2) com uma ponta ativa com design de chanfro atarraxante (C.3, seta roxa), enquanto nos implantes HAnano®/Strong SW plus (A.2, A.3 e A.4, setas roxas) e HAnano®/Unitite (B.2, B.3 e B.4, setas roxas) apresentaram três câmaras de cicatrização na região apical.

5.1.2 Micro topografia

As imagens de MEV-FEG dos implantes comerciais com revestimentos de HAnano® revelaram a existência de uma superfície microtexturizada com a presença de “micropits” (setas amarelas) tanto na região de CC (Fig.8 A – HAnano®/Strong SW Plus; Fig.8 B – HAnano®/Unitite Prime e Fig.8 C – HAnano®/Epikut Plus) quanto na região de TR (Fig.2 A.1 – Strong SW Plus; Fig.2 B.1 – Unitite Prime e Fig. C.1 – Epikut

Plus). A tabela 6 apresenta os valores dos diâmetros médios dos “micropits”, indicando topografias semelhantes e uniformes tanto na região da CC quanto na região de TR para todos os implantes, independente da macrogeometria. Foram tomadas as medidas de 20 “micropits”, de forma aleatória, dos grupos HAnano[®], a partir das eletromicrografias no MEV, revelando um diâmetro médio dos “micropits” (μm) para a CC HAnano[®]/Epikut Plus de $1,6 \pm 0,5 \mu\text{m}$; TR HAnano[®]/Strong SW Plus de $1,6 \pm 0,5 \mu\text{m}$; TR HAnano[®]/Epikut Plus de $1,5 \pm 0,5 \mu\text{m}$, CC HAnano[®]/Strong SW Plus de $1,5 \pm 0,6 \mu\text{m}$; CC HAnano[®]/Unitite Prime de $1,4 \pm 0,6 \mu\text{m}$ e TR HAnano[®]/Unitite Prime de $1,3 \pm 0,4 \mu\text{m}$, sem diferença estatística entre os grupos ($p = 0.4622$).

Essa constatação sugeriu uma reprodutibilidade satisfatória do possível tratamento de superfície recebido pelos implantes antes da deposição dos revestimentos de HAnano[®]. Além disso, as setas azuis em todas as imagens indicam a presença do revestimento de HAnano[®] em regiões onde houve o acúmulo de material, inclusive no interior dos “micropits” (Fig.8 C.1), sugerindo uma deposição não uniforme. Observou-se também algumas microtrincas (setas vermelhas) nas Figs.8 B.1, C e C.1, que possivelmente foram formadas durante o processo de secagem ou tratamento térmico do revestimento de HAnano[®].

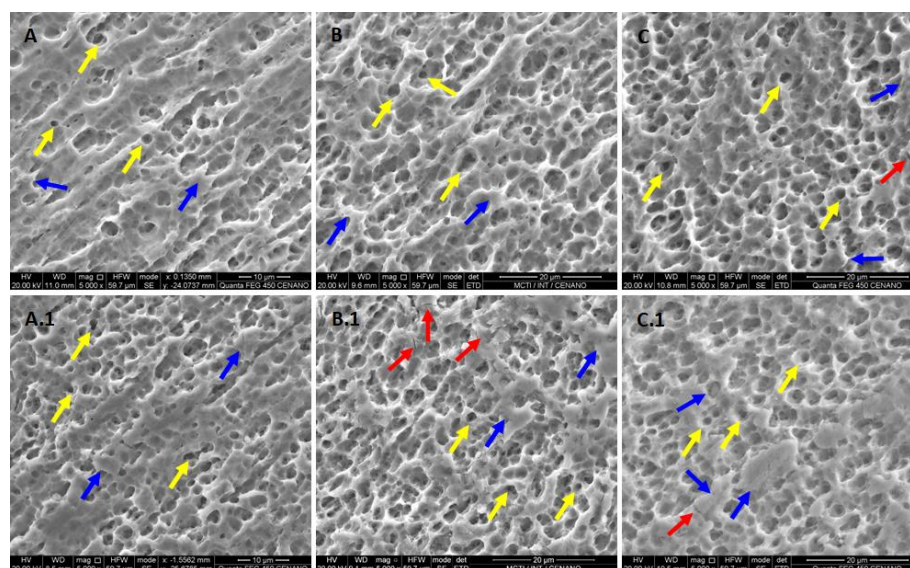


Figura 8 – Imagens de MEV-FEG das superfícies microtexturizadas dos implantes comerciais S.I.N. com revestimento de HAnano®. Região de CC (A) e TR (A.1) no HAnano®/Strong SW Plus. Região da CC (B) e região de TR (B.1) no HAnano®/Unitite Prime. Região da CC (C) e região de TR (C.1) no HAnano®/Epikut Plus. Presença de “micropits” (setas amarelas) e revestimento de HAnano® (setas azuis) com microtrincas (setas vermelhas).

Tabela 6 – Diâmetros médios dos “micropits” dos implantes comerciais S.I.N. HAnano®/Strong SW Plus, HAnano®/Unitite Prime e HAnano®/Epikut Plus obtidos por análise de imagens de MEV-FEG.

	HAnano®/Strong SW Plus		HAnano®/Unitite Prime		HAnano®/Epikut Plus	
	Câmara de cicatrização	Topo de Rosca	Câmara de cicatrização	Topo de Rosca	Câmara de cicatrização	Topo de Rosca
Diâmetro médio (µm)	1,5 ± 0,6	1,6 ± 0,5	1,4 ± 0,6	1,3 ± 0,4	1,6 ± 0,5	1,5 ± 0,5

5.1.3 Microanálise elementar

A Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS), uma técnica de microanálise, possibilitou a imediata identificação dos elementos químicos, presentes na superfície dos implantes. Através do espectro de energia, foi demonstrada a contagem relativa dos elementos químicos obtidos na análise da superfície, com poder de penetração de 1 µm do feixe de elétrons, determinando assim qualitativa e semi-quantitativamente os elementos químicos presentes (GEESEY et al., 2002).

A análise no MEV-EDS da microestrutura superficial dos implantes comerciais é indicada na tabela 7, demonstrando os elementos químicos Ca e P, que correspondem a presença do revestimento de HAnano® nos implantes HAnano®/Strong SW Plus, HAnano®/Unitite Prime e HAnano®/Epikut Plus como recebidos. Além disso, observou-se a presença de Al na região da rosca do implante HAnano®/Strong SW Plus, sugerindo ser uma contaminação proveniente de fonte desconhecida (processo de fabricação, armazenamento, manipulação, porta amostra contaminado, etc.).

Tabela 7 - Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) da superfície dos implantes.

Elemento químico %	HAnano®						
	Unitite Prime		Strong SW Plus		Epikut Plus		
	Câmara de cicatrização	Roscas	Câmara de cicatrização	Roscas	Câmara de cicatrização I	Câmara de cicatrização II	Roscas
Ti	85.58	86.75	59.43	81.73	87.64	87.53	86.22
O	14.05	12.83	35.41	17.15	12.10	11.40	13.32
Al	-	-	-	0.26	-	-	-
P	0.15	0.17	1.2	0.39	0.15	0.43	0.12
Ca	0.21	0.26	3.96	0.47	0.11	0.65	0.34

5.2 SUPERFÍCIES BIOMIMÉTICAS

Inicialmente a topografia das superfícies dos implantes do grupo controle (ISTT/Epikut, ISTT/Strong e ISTT/Unitite), sem tratamento de superfície químico e térmico e sem revestimento de fosfato de cálcio, cedidos pela empresa S.I.N., foram avaliados por MEV-EDS. As eletromicrografias revelaram a ausência de modificações de superfície, demonstrando ranhuras de usinagem e microcavitações em cada grupo avaliado (Fig. 9). A análise elementar no EDS revelou a presença de Ti (100%) em todos os grupos controle, na região de câmara de compensação e no topo das roscas (Tab. 8), sugerindo que o processo de limpeza em ultrassom utilizado foi eficiente.

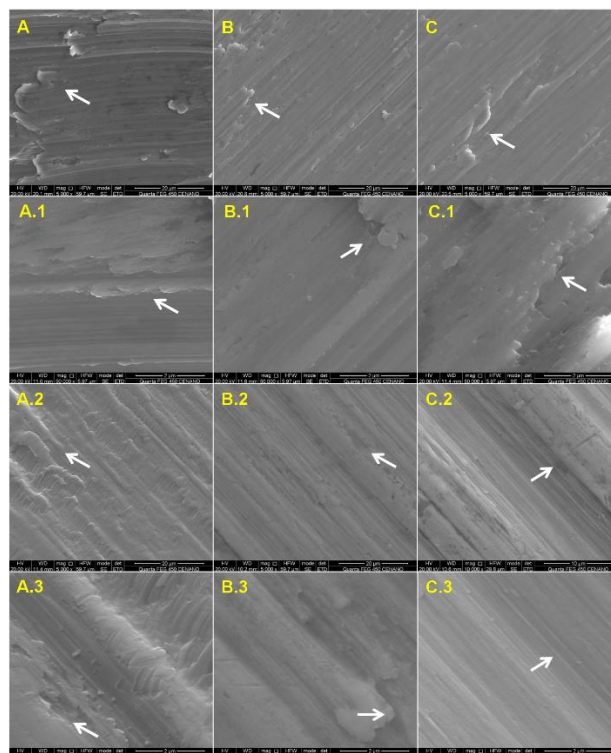
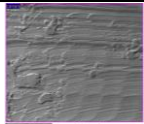


Figura 9 – Implantes sem tratamento químico e térmico e sem revestimento. ISTT/Epikut (A – A.3), ISTT/Strong (B – B.1) e ISTT/Unitite (C - C.1). As setas brancas indicam ranhuras de usinagem na região da câmara de compensação (A, A.1, B, B.1, C e C.1) e na região das roscas (A.2, A.3, B.2, B.3, C.2 e C.3).

Tabela 8 - Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-x da superfície dos grupos controle.

Elemento químico %	ISTT/Epikut		ISTT/Unitite		ISTT/Strong	
						
	Câmara de cicatrizaçã o	Roscas	Câmara de cicatrizaçã o	Roscas	Câmara de cicatrizaçã o	Roscas
Ti	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

5.2.1 Tratamento de superfície químico e térmico (TSQT)

Inicialmente, para a modificação de superfície dos implantes, foi realizado o método de TSQT, que possibilitou a formação de uma camada de titanato de sódio ($\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$) na superfície dos grupos TSQT/Epikut, TSQT/Strong e TSQT/Unitite pela ação do reagente NaOH sob temperatura, a qual é caracterizada pelo aspecto de uma

microtextura nas imagens A.2, A.3, A.5, A.6 (TSQT/Epikut), B.2, B.3, B.5, B.6 (TSQT/Strong), C.2, C.3, C.5 e C.6 (TSQT/Unitite) da Figura 10.

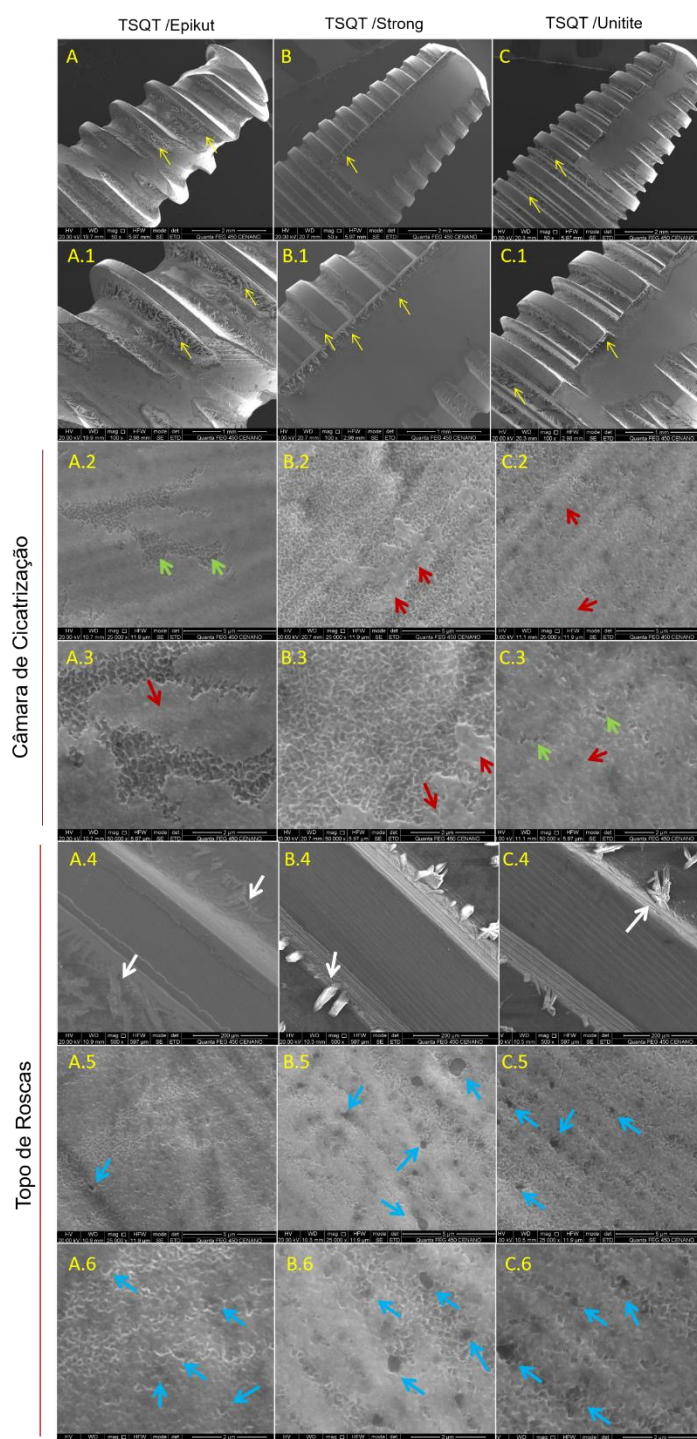


Figura 10 – Implantes TSQT/Epikut, TSQT/Strong e TSQT/Unitite. Eletromicrografia dos implantes (A, A.1, B, B.1, C e C.1), da região de câmara de cicatrização (A.2, A.3, B.2, B.3, C.2 e C.3) –e de topo de rosca (A.4 - A.6, B.4 – B.6 e C.4 – C.6), respectivamente.

Ao comparar as superfícies entre os grupos, as imagens sugeriram a presença de microestruturas na forma de microagulhas, as quais são características do titanato de sódio (RIBEIRO *et al.*, 2013), acumuladas nas regiões de flancos das roscas (setas amarelas) nos grupos TSQT/Epikut (Fig.10 A e A.1), TSQT/Strong (Fig.10 B e B.1) e TSQT/Unitite (Fig.10 C e C.1).

Ao analisar a região de CC foi possível verificar uma maior área da camada de titanato de sódio com microtextura (Fig.10 B2 e B3) sobre a superfície do grupo TSQT/Strong. Já nos grupos TSQT/Epikut e TSQT/Unitite, foi possível verificar áreas com camadas densas sem microporosidade (Fig.10 A.2, A.3, C.2 e C.3, setas vermelhas), recobrindo a maior parte das superfícies, sugerindo estar sobrepostas à microtextura com microporos isolados expostos (Fig. 10 C.3, setas verdes). Já a análise da região de TR demonstrou a presença de estruturas cristalinas nas regiões de flange dos três implantes (Fig.10 A.4, B.4 e C.4, setas brancas), enquanto na região de TR foi verificada a presença de uma cobertura microporosa nos três grupos (Fig.10 A.5, A.6, B.5, B.6, C.5 e C.6, setas azuis).

A análise no MEV combinado com a técnica de feixe de íons focado (Focused Íons Beam, FIB), nas regiões de câmara de cicatrização dos implantes TSQT/Epikut (Fig. 11 A e A.1), TSQT/Strong (Fig. 11 B e B.1), TSQT/Unitite (Fig. 11 C e C.1), também revelou a formação de uma camada de titanato de sódio, exibindo microagulhas dispostas de forma irregular (Fig. 11 A, B e C – setas amarelas), regiões densas formadas por nanoglóbulos (Fig. 11 A.1, B, B.1, C e C.1 – setas vermelhas) com a presença de microtrincas (Fig.11 A.1, C e C.1 – setas roxas) e regiões microporosas formadas por uma rede de nanoglóbulos interconectados (Fig. 11 B.1 – setas azuis). As microtrincas sugeriram ser decorrentes do processo de secagem após o tratamento químico com NaOH. Além disso, observou-se que a imagem da

Fig.11 B.1 corrobora com a imagens de MEV-FEG das Fig. 11 A.2, A.3, B.2, B.3, C.2 e C.3 (setas vermelhas), sugerindo que a camada densa de titanato de sódio se forma a partir da camada microporosa pela formação de um grande número dos nanoglóbulos, assemelhando-se a um aglomerado de nanopartículas, o que causa o fechamento dos microporos.

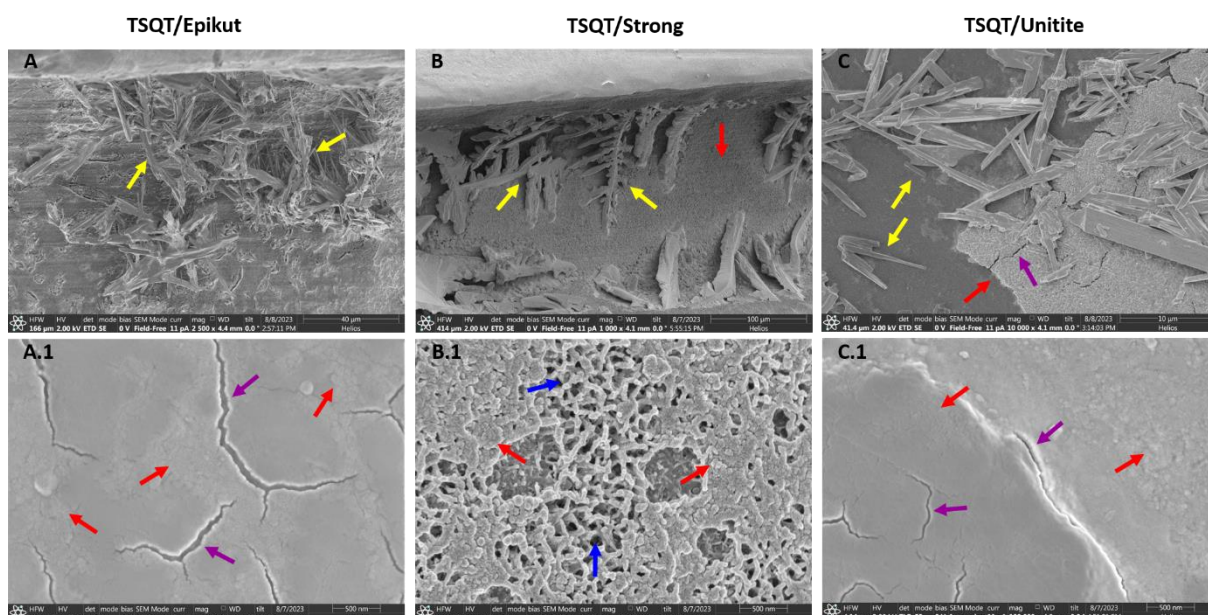
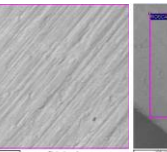
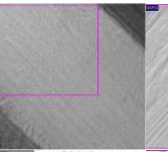
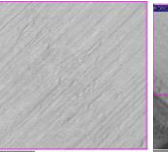
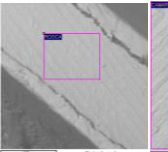
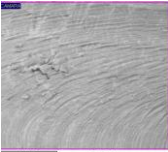


Figura 11 - Eletromicrografia em MEV-FIB nas regiões de câmara de cicatrização dos implantes com TSQT. Camada de titanato de sódio exibindo microagulhas (setas amarelas), regiões densas formadas por nanoglóbulos (setas vermelhas) com a presença de microtrincas (setas roxas) e regiões porosas formadas por uma rede de nanoglóbulos interconectados (setas azuis): TSQT/Epikut (A e A.1), TSQT/Strong (B e B.1), TSQT/Unitite (C e C.1).

Os resultados da microanálise elementar por MEV-EDS da superfície dos grupos TSQT/Epikut, TSQT/Strong e TSQT/Unitite são apresentados na Tabela 9. Os elementos O, Na e Ti possibilitaram indicar a formação bem-sucedida de titanato de sódio (Na_2TiO_3). Por outro lado, a presença do elemento Ca em todas as amostras sugeriu uma contaminação proveniente de fonte desconhecida (armazenamento, manipulação, porta amostra contaminado etc.).

Tabela 9 - Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-x da superfície dos grupos expostos ao TSQT.

Respostas ao TSQT:							
Regiões de interesse analisadas	Epikut		Strong		Unitite		
	Câmara de compensação	Topo de Roscas	Câmara de compensação	Topo de Roscas	Câmara de compensação	Topo de Roscas	
	TSQT 						
Elemento químico %	TSQT	TSQT	TSQT	TSQT	TSQT	TSQT	
	C	2.59	1.92 / 1.70	1.74	2.48	2.49	2.55
	O	36.41	31.98	34.46	37.48	36.68	39.33
	Na	7.90	5.70	4.94	7.41	5.65	7.62
	Ca	0.24	0.24	0.25	0.26	0.26	0.25
	Ti	52.71	59.77	58.47	52.29	54.91	50.23

5.2.2 Formação de superfície biomimética de fosfato de cálcio

O protocolo desenvolvido por RIBEIRO *et al.* (2013), utilizando SS como precursor, foi capaz de formar o revestimento biomimético de fosfato de cálcio (Bio-CaP) nos três grupos de implantes com macrogeometrias distintas. Os implantes, agora com o revestimento Bio-CaP, grupo Bio-CaP/Epikut (Fig.12 A-A3), Bio-CaP/Strong (Fig.12 B-B3) e Bio-CaP/Unitite (Fig.12 C-C3), na região de CC dos implantes, apresentaram formações dispersas de aglomerados do revestimento (Fig.12 A, B e C, setas amarelas), devido ao caráter de precipitação heterogênea do processo biomimético. Já a região de TR apresentou uma distribuição homogênea do filme de fosfato de cálcio exibindo, porém, alguns aglomerados dispersos na superfície (Fig.12 A2, B2 e C2, setas amarelas) e microporosidades de diferentes tamanhos (Fig.12 A2, A.3, B2, B.3, C.2 e C.3, setas azuis). Em maior aumento foi possível verificar uma microestrutura do tipo laminar (plate-like) característica do fosfato de octacálcio – OCP (IJIMA *et al.*, 2018) distribuídas uniformemente ao longo de toda a superfície, na CC (Fig.12 A.1, B.1 e C.1) e no TR (Fig.12 A.3, B.3 e C.3 e Fig. 13).

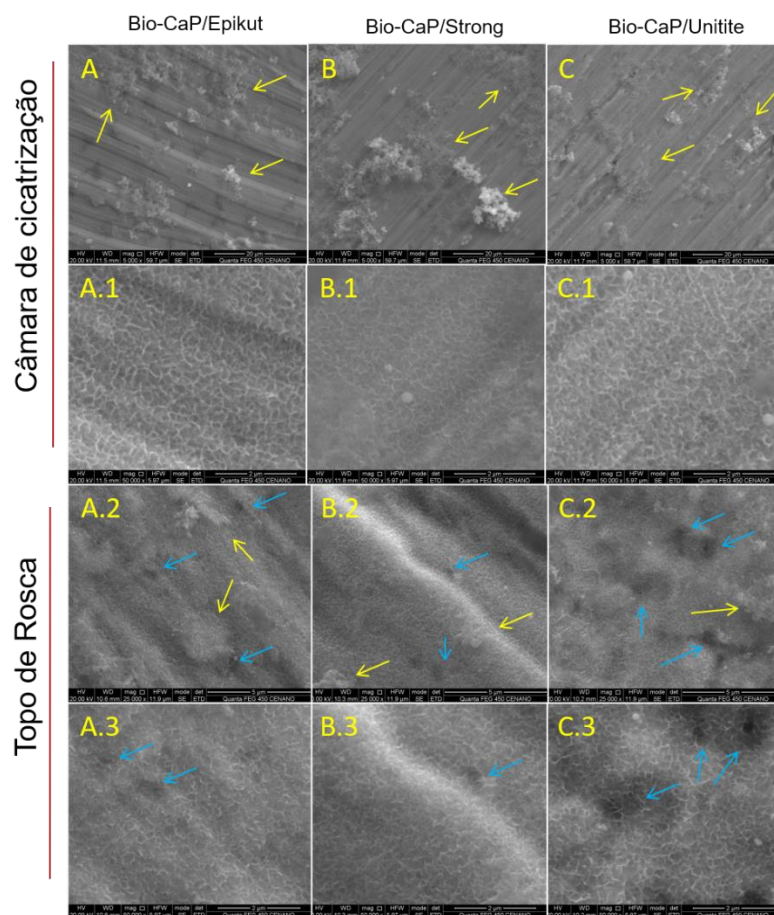


Figura 12 – Imagens de MEV-FEG dos implantes experimentais com revestimento de Bio-CaP. Grupo Bio-CaP/Epikut (A - A.3), Bio-CaP/Strong (B - B-3) e Bio-CaP/Unitite (C - C.3) demonstrando na região de CC (A, A.1, B, B.1, C e C.1) e de TR (A.2, A.3, B.2, B.3, C.2 e C.3) o revestimento biomimético. Visualiza-se a microestrutura laminar (*plate-like*) característica do fosfato de octacálcio (Fig. 12 A.1, A.3, B.1, B.3, C.1 e C.3 e Fig. 13) distribuídas uniformemente pela superfície da CC e no TR.

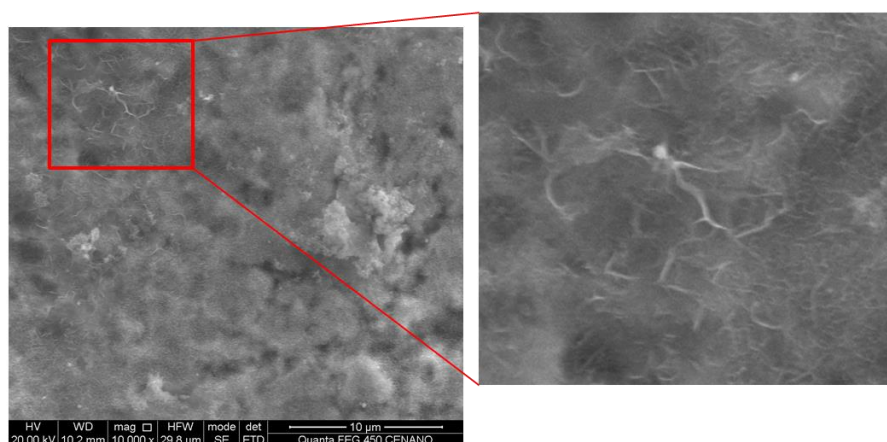
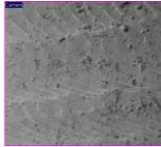
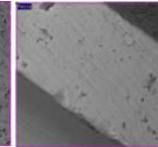
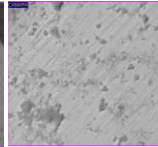
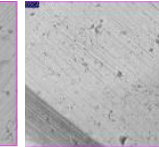
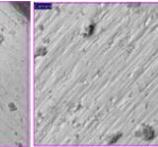
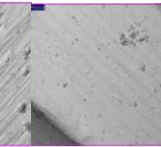


Figura 13 – Destaque da microestrutura do tipo laminar (*plate-like*) característica do fosfato de octacálcio disposta na superfície do revestimento biomimético de Bio-CaP.

A análise no MEV-EDS da microestrutura superficial demonstrou a formação do nanorrevestimento biomimético por meio da presença dos elementos Ca e P nos três grupos (Bio-CaP/Strong, Bio-CaP/Unitite e Bio-CaP/Epikut) (**Tab. 10**). Na **Tab. 9** foi identificada uma contaminação com Ca em todas as amostras a partir de fonte desconhecida. Na comparação dos resultados da **Tab. 9** com os da **Tab. 10**, observa-se um aumento neste percentual de Ca nas diferentes macrogeometrias apresentadas de cada grupo (**Fig. 12**), reforçando a evidência da formação do revestimento biomimético de Bio-CaP. Dentre os elementos químicos identificados nos grupos dos implantes TSQT, o Na permaneceu presente Bio-CaP/Strong (**Tab. 10**) em menor concentração, quando comparada à amostra TSQT/Strong (**Tab. 9**), devido ao enxague ineficiente após a etapa de imersão da solução SS (seção 4.3.3).

Tabela 10 - Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-x da superfície dos implantes com revestimento biomimético de Bio-CaP.

Plantas com revestimento biomimético de Bio-CaP							
Regiões de interesse analisadas	Epikut		Strong		Unitite		
	Câmara de cicatrização	Topo de roscas	Câmara de cicatrização	Topo de roscas	Câmara de cicatrização	Topo de roscas	
							
Elemento químico %	Bio-CaP	Bio-CaP	Bio-CaP	Bio-CaP	Bio-CaP	Bio-CaP	
	C	1.95	1.70	2.02	1.51	2.21	1.08
	O	32.12	30.70	28.68	25.53	27.66	24.38
	Na	-	-	0.39	0.59	-	-
	Ca	0.70	0.79	1.39	0.70	0.82	0.47
	Ti	64.93	66.33	66.67	71.30	68.88	73.88
	P	0.29	0.48	0.85	0.37	0.43	0.19

5.2.2.1 Micro / nano caracterização da superfície biomimética de fosfato de cálcio (Bio-CaP) e da superfície comercial de HAnano®

A microestrutura, espessura e a interface dos revestimentos de Bio-CaP (**Fig.15**) e HAnano® (**Fig. 16**) foram analisadas por MEV-FIB, possibilitando uma comparação entre eles. O corte em trincheira (**Fig.15 A, B e C**), em uma amostra de cada grupo, dos revestimentos biomiméticos, Bio-CaP/Epikut, Bio-CaP/Strong e Bio-

CaP/Unitite, e dos revestimentos comerciais, HAnano®/Epikut Plus, HAnano®/Strong SW Plus e HAnano®/Unitite Prime (Fig. 16), na superfície da CC e na superfície de TR, possibilitou obter 5 medições da espessura do revestimento, de cada espécimen, cujos valores médios são apresentados na **Tab. 11**.

Na figura 14, ao comparar os revestimentos de Bio-CaP (Fig. 14 A, A.1, B, B.1, C e C.1) e HAnano® (Fig. 14 D, E e F), a 100.000x de magnificação, foi possível verificar que os dois revestimentos possuem microestruturas distintas. Os revestimentos de Bio-CaP (Fig. 14 A, A.1, B, B.1, C e C.1) exibiram estruturas cristalinas nanoglobulares características da hidroxiapatita uniformemente depositadas ao longo de toda a superfície dos implantes (RIBEIRO *et al.*, 2013). Já os revestimentos comerciais de HAnano® (Fig. 14 D, E e F) demonstraram microestruturas de nanoagulhas recobrendo toda a superfície, com diferentes direções, e com algumas regiões sugestivas de poros (Fig. 14 E e F, setas amarelas).

Em relação à macroestrutura, os implantes com revestimentos de Bio-CaP demonstraram diferenças ao comparar as diferentes regiões dos implantes, apresentando maior microporosidade na região de CC (Fig. 14 A, B e C) e uma microestrutura mais densa na região de TR (Fig. 14 A.1, B.1, C.1), levando a uma superfície mais regular, com menor porosidade, nos três grupos avaliados, Bio-CaP/Epikut, Bio-CaP/Strong e Bio-CaP/Unitite. A imagem da figura 14 A, região da CC do implante Bio-CaP/Epikut, sugere que a microestrutura densa do revestimento de Bio-CaP foi formada a partir da estrutura microporosa com a formação de um grande número de nanoglóbulos, que causou o fechamento dos microporos. Em algumas regiões do revestimento de Bio-CaP, observou-se a formação de microaglomerados dispersos na superfície, como indicado pelas setas azuis na figura 14 C.1 (região de TR do Bio-CaP/Unitite) e corroborado pelas imagens de MEV-FEG

da **figura 12 A, B e C**. Na imagem da **figura 14 B**, região da CC do Bio-CaP/Strong, identificou-se a presença de NaCl residual, o qual é um subproduto formado na reação entre o $\text{CaCl}_2/2\text{H}_2\text{O}$ e $\text{Na}_2\text{HPO}_4/2\text{H}_2\text{O}$ na etapa de deposição do revestimento biomimético, indicando que o enxague após a remoção dos implantes da solução SS foi ineficiente (seção 4.3.3). Tal observação é corroborada com os resultados de EDS da **Tabela 10**, que exibiu a presença do elemento sódio (Na) para esta amostra. Por último, na Figura 14C (CC da Bio-CaP/Unitite), notou-se o descolamento de camadas na forma de placas (setas vermelhas), sugerindo o desprendimento da camada de titanato de sódio durante a etapa de deposição do revestimento de Bio-CaP devido à presença de microtrincas, conforme mostrado na figura 11 C e C.1. Os resultados de EDS da Tabela 10 não indicaram a presença do elemento sódio (Na) para a amostra Bio-CaP/Unitite, provavelmente porque a camada de titanato de sódio encontrava-se totalmente revestida com fosfato de cálcio.

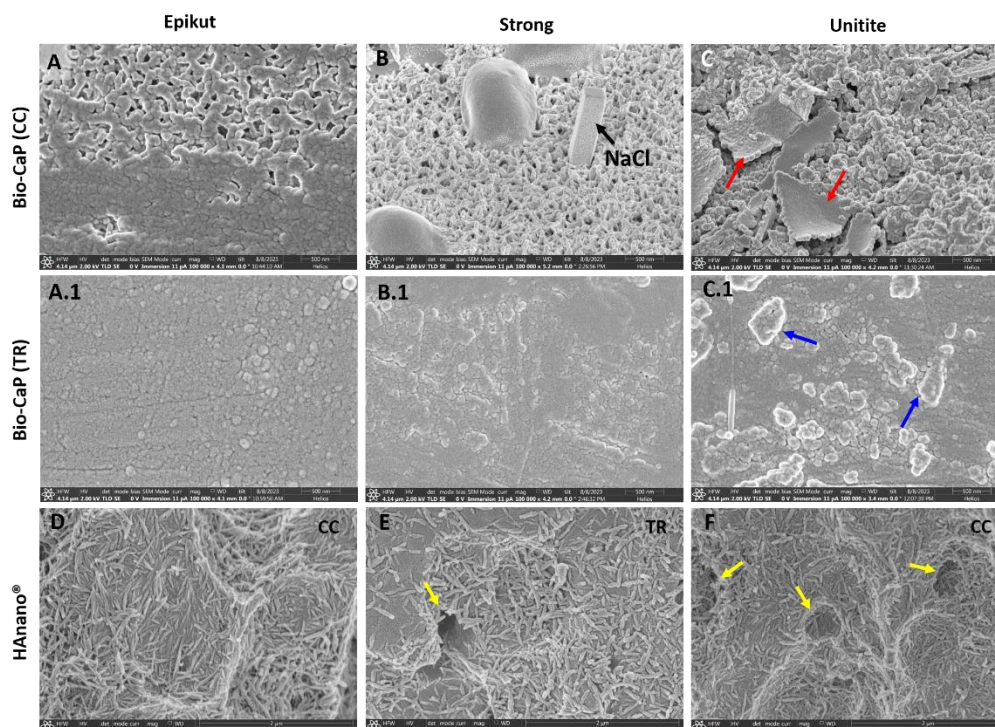


Figura 14– Microanálise por MEV-FIB dos revestimentos biomimético de Bio-CaP e comercial de HAnano®. Revestimento biomimético do Grupo Bio-CaP/Epikut em região de CC (A) e TR (A.1), Bio-CaP/Strong em CC (B) e TR (B.1) indicando a presença de NaCl residual e Bio-CaP/Unitite em CC (C) e TR (C.1) sugerindo o desprendimento da camada de titanato de sódio (setas vermelhas) e formação de microaglomerados dispersos na superfície (setas azuis). Revestimento comercial HAnano® no Epikut Plus em região de CC (D), Strong SW Plus em região de TR (E) e Unitite Prime em região de CC (F) indicando microporos sobre a superfície (setas amarelas).

As sessões transversais dos revestimentos de Bio-CaP (Fig. 15) nas regiões de CC e TR das amostras Bio-CaP/Epikut (Fig. 15 A, A.1 e A.2), Bio-CaP/Strong (Fig. 15 B, B.1 e B.2), Bio-CaP/Unitite (Fig. 15 C, C.1 e C.2) demonstraram uma estrutura microporosa, com diferentes níveis de microposidade e tamanhos, e uma forte interface entre a superfície metálica e o revestimento cerâmico, indicando uma adesão química satisfatória ao longo de toda a superfície dos implantes, sem apresentar áreas sugestivas de vazios ou defeitos de deposição. Na comparação entre a figura 15 e as figura 14 (A, A.1, B, B.1, C e C.1), notou-se que as imagens se corroboram, uma vez que nas regiões de CC os revestimentos apresentaram um maior grau de

microporosidade, enquanto nas regiões de TR a microestrutura apresentou-se mais densa ou com menor grau de microporosidade, como por exemplo, na região de TR do Bio-CaP/Epikut (**Fig. 15 A.2**) que apresentou uma reduzida microporosidade.

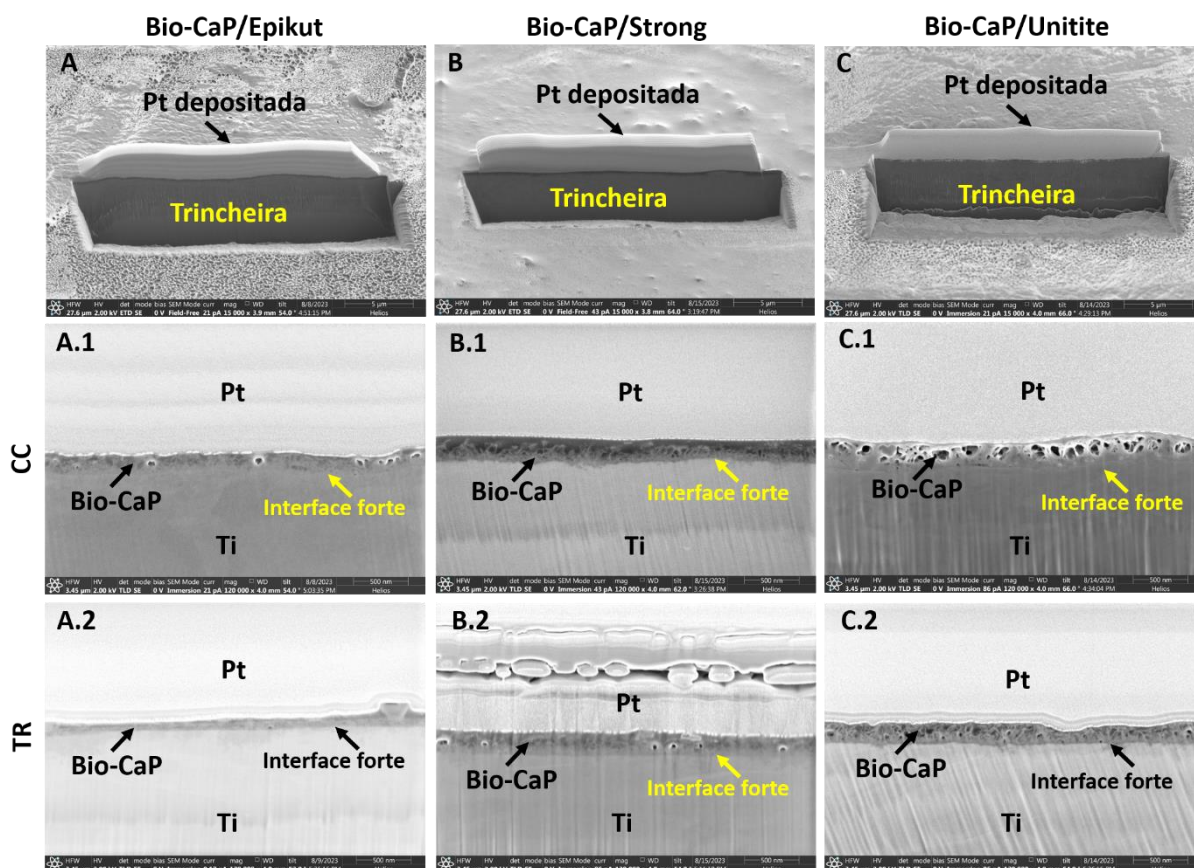


Figura 15 – Microanálise de espessura por MEV-FIB do revestimento biomimético de Bio-CaP nas regiões de CC e vale de TR: Bio-CaP/Epikut (A, A.1 e A.2), Bio-CaP/Strong (B, B.1 e B.2), Bio-CaP/Unitite (C, C.1 e C.2). As imagens demonstram a trincheira realizada, a estrutura microporosa dos revestimentos e a forte interface entre a superfície metálica e o revestimento de Bio-CaP, indicando adesão química satisfatória sem a presença de vazios ou defeitos de deposição.

A Figura 16 exhibe as sessões transversais dos revestimentos comerciais de HAnano®, onde também se observou uma estrutura microporosa com diferentes níveis de microporosidade e tamanhos. Sendo que, o revestimento da amostra HAnano®/Epikut Plus (Fig. 16 A.1 e A.2) foi o que apresentou o maior grau de microporosidade em todas as regiões analisadas. Ao contrário das amostras Bio-CaP (Fig. 15), todas as amostras com revestimento comercial de HAnano® (Fig. 16) apresentaram uma interface fraca entre a superfície metálica e o revestimento

cerâmico com áreas sugestivas de vazios ou defeitos de deposição tanto nas regiões de CC (Fig. 16 A.1, B.1 e C.1) quanto nas regiões de TR (Fig. 16 A.2, B.2 e C.2). Como não há informações disponíveis a respeito da técnica de deposição dos revestimentos comerciais de HAnano[®], não foi possível avaliar se a adesão com o substrato é química ou física.

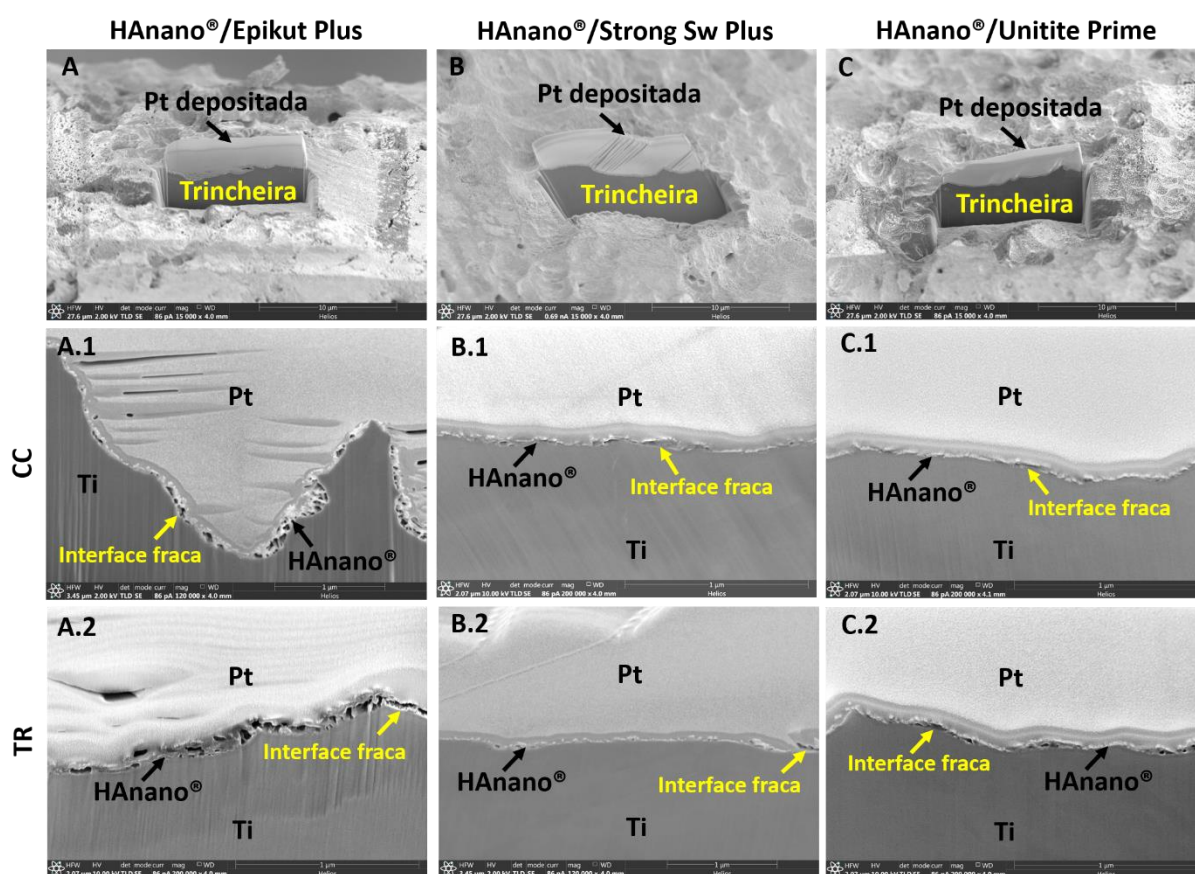


Figura 16 – Microanálise de espessura por MEV-FIB do revestimento comercial de HAnano[®] nas regiões de CC e vale de TR das amostras: HAnano[®]/Epikut Plus (A, A.1 e A.2), HAnano[®]/Strong SW Plus (B, B.1 e B.2), HAnano[®]/Unitite Prime (C, C.1 e C.2). As imagens mostram a trincheira realizada, a estrutura microporosa dos revestimentos e a fraca interface entre a superfície metálica e o revestimento HAnano[®] com áreas sugestivas de vazios ou defeitos de deposição.

5.2.2.2 Análise estatística de espessura da superfície biomimética de fosfato de cálcio (Bio-CaP)

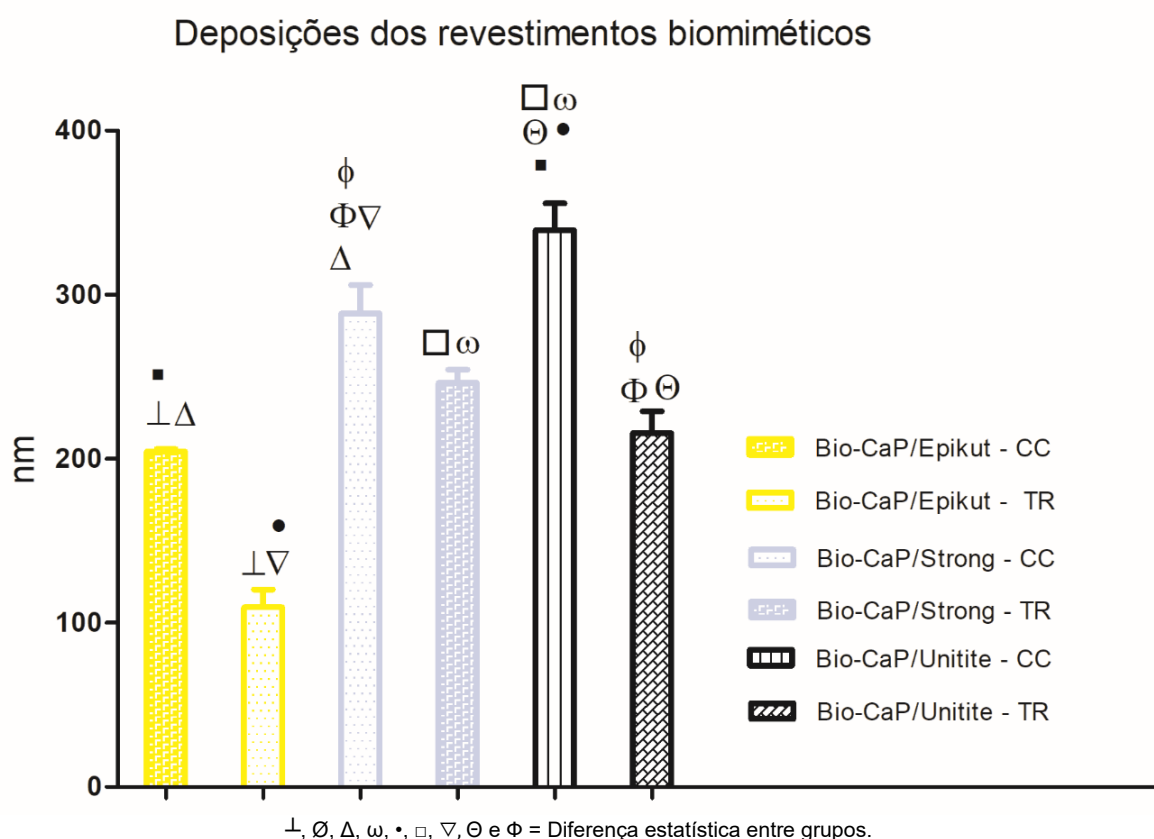
Os dados de espessura, obtidos por análise de imagens de MEV-FIB, dos revestimentos biomiméticos de Bio-CaP (Tab. 11) foram analisados através do

software GraphPad Prisma 5.01 (Graph Pad Software Inc), tratados através do método da análise de variância (One-Way - ANOVA) e complementados pelo post-test de Tukey, com nível de significância de 5% ($p < 0,05$), onde identificou-se diferença estatística ($P < 0,0001$) entre os diferentes grupos indicados no Gráfico 1.

Tabela 11 – Espessura média dos revestimentos de Bio-CaP obtida por análise de imagens de MEV-FIB antes da instalação em osso bovino.

Amostra	Espessura média (nm)	
	Região de interesse	
	Câmara de cicatrização	Topo de rosca
Bio-CaP/Epikut	204,6 ± 3,2	109,6 ± 24,4
Bio-CaP/Strong	288,7 ± 38,4	246,2 ± 18,0
Bio-CaP/Unitite	339,5 ± 36,2	215,7 ± 29,9

Gráfico 1 – Médias das deposições dos revestimentos biomiméticos de Bio-CaP.



Em relação a região de CC e TR, quando analisados a espessura de deposições dos revestimentos biomiméticos na mesma amostra, o Bio-CaP/Epikut

(CC $204,6 \pm 3,2$ nm e TR $109,6 \pm 24,4$ nm) e o Bio-CaP/Unitite (CC $339,5 \pm 36,2$ nm e TR $215,7 \pm 29,9$ nm) revelaram diferença estatística significativa entre estas regiões. A diferença de espessura de revestimentos de CaP depositados em superfícies de titânio pelo método biomimético era esperada, devido ao seu caráter intrínseco de deposição heterogênea. Essa diferença na espessura pode ser intensificada pelo grau de exposição de cada região do implante à solução SS. Assim, a posição dos implantes na etapa de deposição pode influenciar a espessura dos revestimentos depositados, ou seja, as regiões que ficaram em maior contato a solução SS apresentaram revestimentos com maior espessura e aquelas que ficaram em menor contato apresentaram menor espessura.

Quando pareados os grupos, a menor deposição do filme na região de TR do Bio-CaP/Epikut demonstrou diferença estatística significativa quando comparada com a região de CC do Bio-CaP/Strong ($288,7 \pm 38,4$ nm) e do Bio-CaP/Unitite. Em adição, também foram encontradas diferenças estatísticas significantes entre a região de TR do Bio-CaP/Strong ($246,2 \pm 18,0$ nm) e CC do Bio-CaP/Unitite e região de TR do Bio-CaP/Unitite e CC do Bio-CaP/Strong.

A análise de espessura dos revestimentos demonstrou um padrão coerente de deposição das superfícies biomiméticas, demonstrando nas três macrogeometrias estudadas um maior depósito na região de CC quando comparada a TR. Tais dados sugeriram um favorecimento de deposição dos revestimentos biomiméticos na região de CC, possivelmente pela maior exposição da superfície desta região na macroestrutura do implante (Fig. 7, Macrogeometria dos implantes S.I.N.), enquanto o TR limitado por uma macroestrutura sulcular em seus flancos, que pode reduzir a corrente de fluxo da SS e a troca iônica na região. Outra possível correlação deste comportamento, pode ser devido à posição em que os implantes foram fixados na

autoclave, o que deixou a superfície da câmara de cicatrização em maior exposição ou contato com a solução SS.

A menor espessura de revestimento biomimético no Bio-CaP/Epikut também demonstrou diferença estatística significativa quando pareadas com as regiões de TR dos grupos Bio-CaP/Strong e Bio-CaP/Unitite. A maior profundidade do vale de rosca, estrutura localizada entre os TR, do Bio-CaP/Epikut, mesmo com um maior passo entre os TR, pode representar um fator macroestrutural desfavorável para a deposição dos revestimentos biomiméticos, enquanto a presença de vales de roscas com menor profundidade, como o Bio-CaP/Strong, ou mesmo associadas a roscas intermediárias, como o Bio-CaP/Unitite, sugerira ser macroestruturas favoráveis para uma maior deposição do filme, seja pela menor profundidade do vale de roscas e/ou menor passo entre roscas (Fig. 7).

Ao analisar a região na CC, foi demonstrada diferença estatística entre a CC do Bio-CaP/Epikut e a CC dos grupos o Bio-CaP/Strong e o Bio-CaP/Unitite. Tais dados corroboraram com a maior média de espessura do Bio-CaP/Unitite na CC, com diferença estatística significativa.

Confrontando estes dados com a macroestrutura da CC plana e ampla do Bio-CaP/Unitite e Bio-CaP/Strong e da CC do Bio-CaP/Epikut com uma macrogeometria de rosca reversa localizada entre as roscas, com forma levemente sulcular, de menor largura que as demais CC, possibilita sugerir que esta última macrogeometria também seja desfavorável à deposição de revestimentos mais espessos (Fig. 7). Por outro lado, comparando os valores dos desvios padrões, observou-se que a amostra Bio-CaP/Epikut foi a que apresentou os menores valores tanto na região da CC quanto no TR, indicando maior uniformidade na espessura do revestimento. Sendo que, na região da CC, o revestimento apresentou espessura

mais uniforme do que na região de TR, retornando à suposição quanto a existência de uma correlação entre macrogeometria e espessura de deposição.

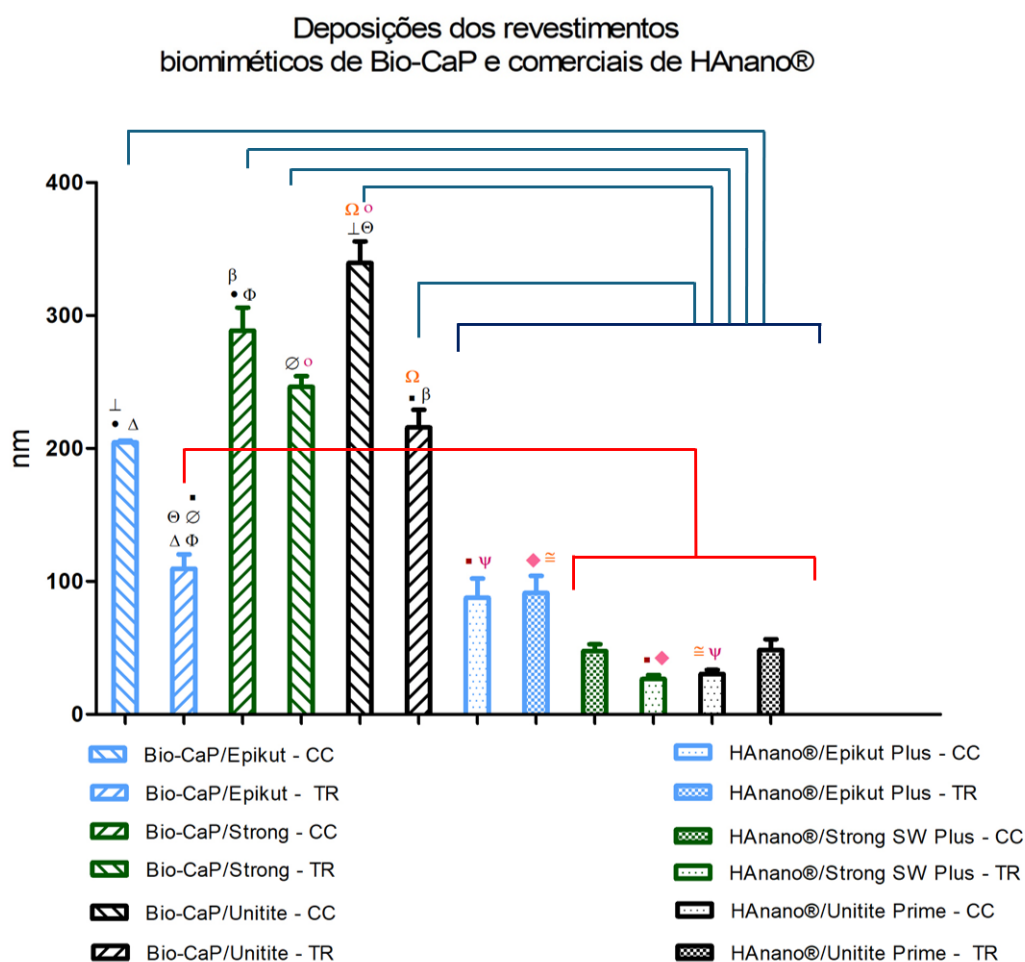
5.2.2.3 Análise estatística de espessura, superfície biomimética de fosfato de cálcio (Bio-CaP) versus superfícies comerciais de HAnano®

A tabela 12 apresenta os valores de espessura média dos revestimentos de Bio-CaP e HAnano® obtidos por análise de imagens de MEV-FIB. Ao comparar a análise estatística das diferentes macrogeometrias com revestimento biomimético de Bio-CaP e com o revestimento comercial de HAnano®, foi revelada uma diferença estatística significativa ($p < 0.0001$) entre os grupos, revelando uma maior espessura do filme em todas as amostras com revestimento biomimético de Bio-CaP quando comparadas as amostras com superfície comercial de HAnano® (Gráf. 2).

Tabela 12 – Espessura média dos revestimentos de Bio-CaP e HAnano® obtida por análise de imagens de MEV-FIB.

Amostra	Espessura média (nm)	
	Região de interesse	
	Câmara de cicatrização	Topo de rosca
Bio-CaP/Epikut	204,6 ± 3,2	109,6 ± 24,4
Bio-CaP/Strong	288,7 ± 38,4	246,2 ± 18,0
Bio-CaP/Unitite	339,5 ± 36,2	215,7 ± 29,9
HAnano®/Epikut Plus	87,6 ± 32,5	91,3 ± 28,6
HAnano®/Strong SW Plus	47,6 ± 11,2	26,5 ± 6,9
HAnano®/Unitite Prime	30,5 ± 6,7	48,5 ± 17,9

Gráfico 2 – Comparação das deposições das diferentes macrogeometrias com revestimentos biomiméticos de Bio-CaP e comerciais de HAnano®.



Símbolos pareados = Diferença estatística entre grupos.

Linhas de agrupamento – diferença estatística entre amostra Bio-CaP e amostras HAnano®

As regiões das CC do Bio-CaP/Epikut, do Bio-CaP/Strong e do Bio-CaP/Unitite e dos TR do Bio-CaP/Strong e do Bio-CaP/Unitite demonstraram diferença estatística significativa quando comparadas a todas as amostras revestidas com HAnano®. Já a região de topo de rosca do Bio-CaP/Epikut, de menor espessura de revestimento Bio-CaP dentre os implantes revestidos com Bio-CaP, apresentou diferença estatística significativa quando comparado com a região de Câmara de

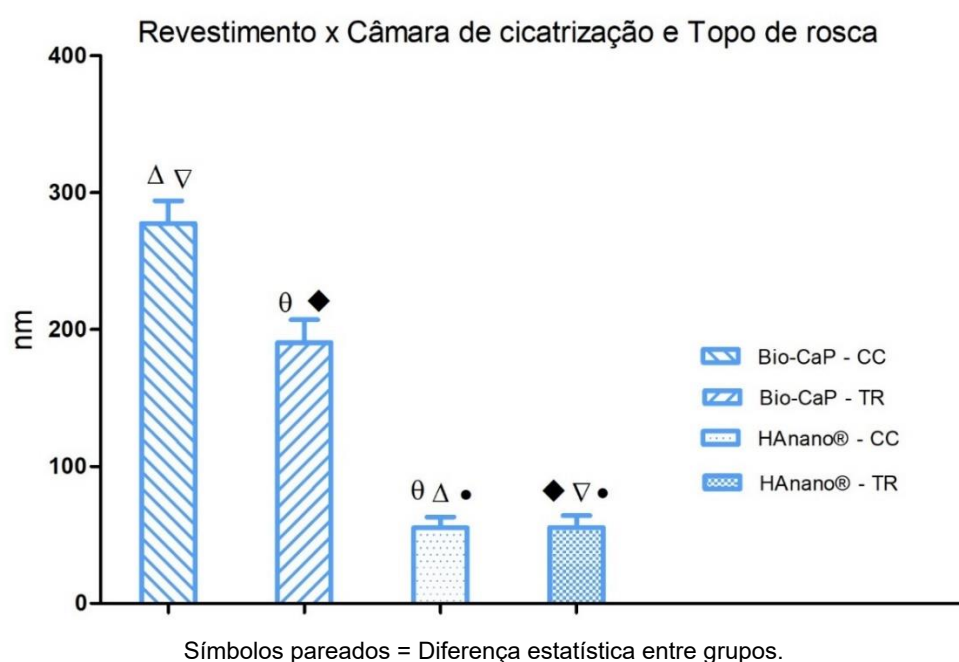
cicatrização do HAnano®/Strong SW Plus e do HAnano®/Unitite Prime e da região de topo de rosca do HAnano®/Strong SW Plus e do HAnano®/Unitite Prime.

Contrariamente às amostras revestidas por Bio-CaP, o revestimento de HAnano® apresentou, dentre as amostras comerciais, uma maior espessura de HAnano® no grupo HAnano®/Epikut plus, na região de CC e TR. Dentro da análise deste grupo não foi possível verificar regiões favoráveis a deposições mais espessas de HAnano®.

5.2.2.4 Análise isolada de espessura dependente do tipo de revestimento

Isolando a análise estatística somente para o tipo de revestimento, Bio-CaP ou HAnano®, a favor da área de deposição, sem considerar a macrogeometria dos implantes, foi indicada uma diferença estatística ($P < 0,0001$), demonstrando um maior depósito do revestimento Bio-CaP na região de CC (277.60 ± 64.16 nm), seguido pelo mesmo revestimento em região de TR (190.50 ± 64.74 nm) e pelo revestimento de HAnano® em TR ($55.44 \pm 33,38$ nm) e em CC (55.22 ± 33.38 nm) (Gráf. 3).

Gráfico 3 - Análise do tipo de revestimento em área de câmara de cicatrização e de topo de rosca.

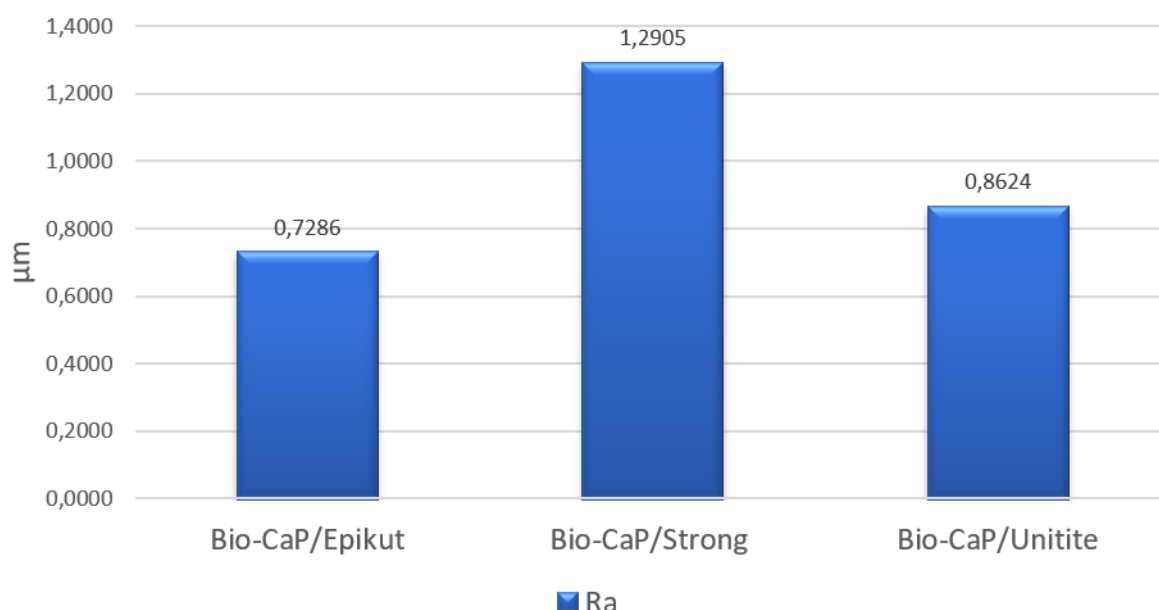


O isolamento da análise quanto ao tipo de revestimento, sem considerar a macrogeometria, revelou uma superioridade na espessura do revestimento de Bio-CaP, tanto na região de CC quanto no TR. Em adição, esta análise corrobora com os dados já demonstrados em relação à maior espessura do revestimento de Bio-CaP na região da CC quando compara à região de TR. Contrariamente, os dados demonstraram uma espessura mais regular do revestimento de HAnano® na região de TR e CC quando comparados às diferenças encontradas na CC e TR para o revestimento de Bio-CaP.

5.2.3 Microrrugosidade

A rugosidade média (Ra) dos diferentes grupos foi avaliada através de microscopia óptica de Varredura Confocal (Alicona InfiniteFocus®) e possibilitou comparar a microporosidade do revestimento biomimético de Bio-CaP nas diferentes macrogeometrias e quando comparado ao revestimento comercial de HAnano®, e ao TSQT, etapa anterior a deposição do revestimento de Bio-CaP. O perfil de rugosidade foi avaliado em um campo de cada grupo, na região de CC, Bio-CaP/Epikut, Bio-CaP/Unitite, Bio-CaP/Strong, TSQT/Epikut, TSQT/Strong, TSQT/Unitite, HAnano®/Epikut Plus, HAnano®/Strong SW Plus e HAnano®/Unitite Prime e os implantes do grupo controle ISTT/Epikut, ISTT/Strong SW e ISTT/Unitite, sem tratamento de superfície (Graf. 4).

Gráfico 4 – Microrrugosidade das superfícies de fosfato de cálcio comparada as diferentes superfícies avaliadas.

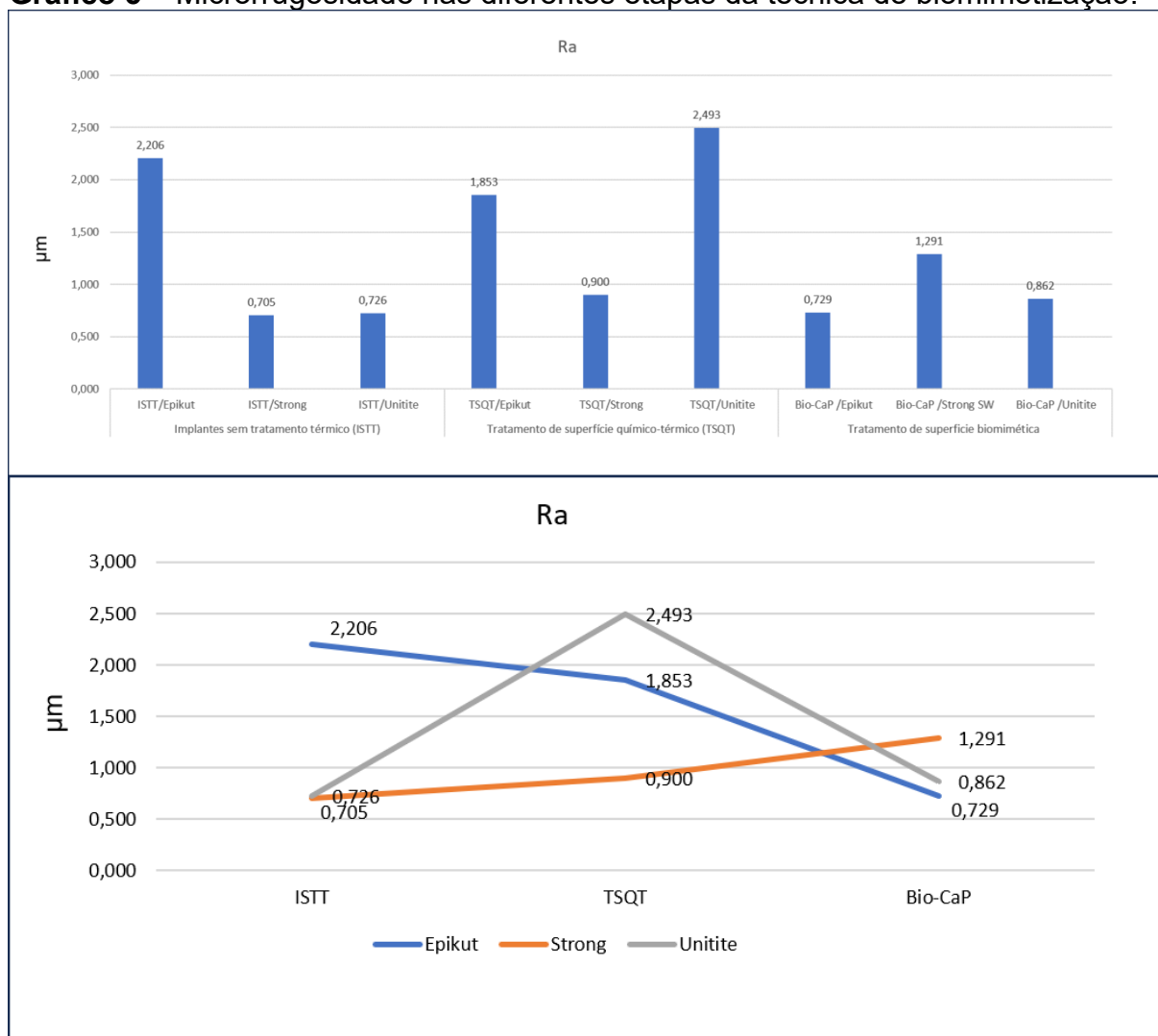


Microporos (<20 μm) e nanoporos (1–10 nm) foram indicados por favorecer uma maior adsorção de proteínas ósseas, acarretando uma melhor adesão celular e osseointegração de implantes (RIBEIRO *et al.*, 2013). Dito isso, o revestimento biomimético de Bio-CaP demonstrou microporos nas três macrogeometrias avaliadas, sendo a menor Ra no Bio-CaP/Epikut (0,7286 μm), seguido pelo Bio-CaP /Unitite (0,8624 μm) e Bio-CaP/Strong (1,2905 μm). Tais dados podem ser corroborados com as médias das espessuras dos revestimentos biomiméticos em áreas de TR apresentadas no Gráfico 1, médias das deposições dos revestimentos biomiméticos, possibilitando verificar a menor espessura de revestimento Bio-CaP e de Ra no Bio-CaP/ Epikut.

Em relação as diferentes etapas da técnica biomimética, não foi possível correlacionar as etapas de alterações de revestimento (Gráf. 5). Um padrão de Ra nas etapas de alterações de revestimento foi encontrado no grupo Bio-CaP/Epikut apresentando um decréscimo na microrrugosidade da etapa ISTT até a Bio-CaP, enquanto no Bio-CaP/Strong houve uma relação inversa, aumento da

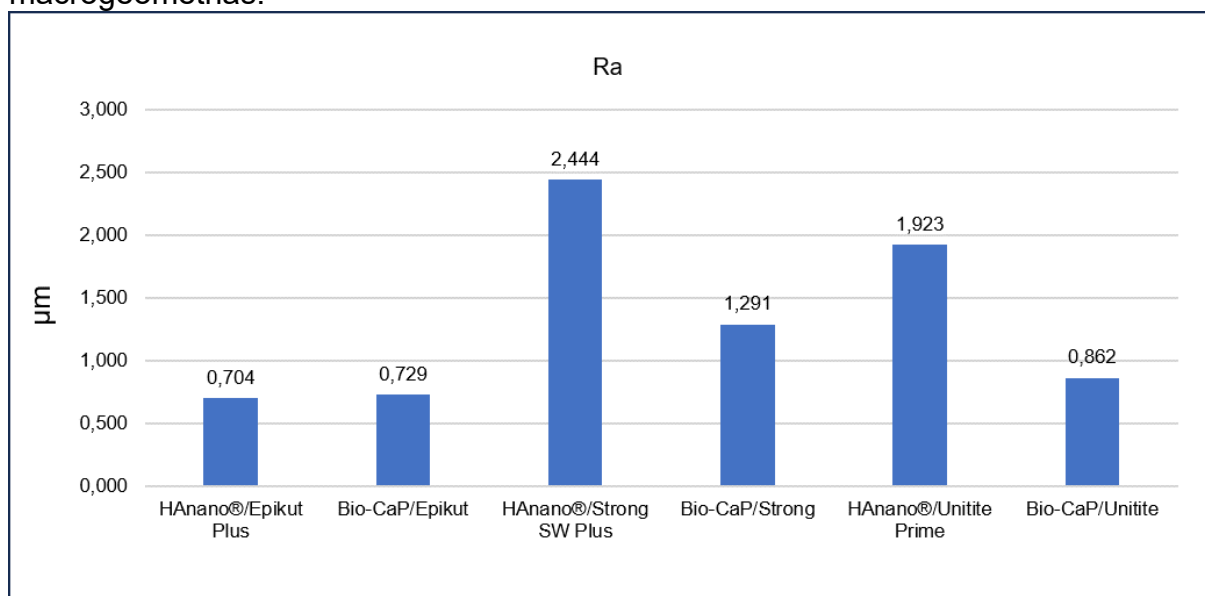
microrrugosidade. Já o Bio-CaP/Unitite, foi o único que apresentou maior Ra na etapa da TSQT quando comparado com a etapa de deposição do revestimento (Gráf. 5). Este dado possibilita sugerir uma correlação macrogeométrica favorável à formação do composto de titanato de sódio na etapa do TSQT, por ser a única macrogeometria com roscas duplas, reduzindo o espaço entre topo de roscas. Em adição, a divergência dos dados quanto ao Ra nas diferentes etapas da biomimetização sugeriram uma correlação entre a macrogeometria de cada grupo de implante e a microrrugosidade das etapas ISTT, TSQT e Bio-CaP (Gráf. 5).

Gráfico 5 – Microrrugosidade nas diferentes etapas da técnica de biomimetização.



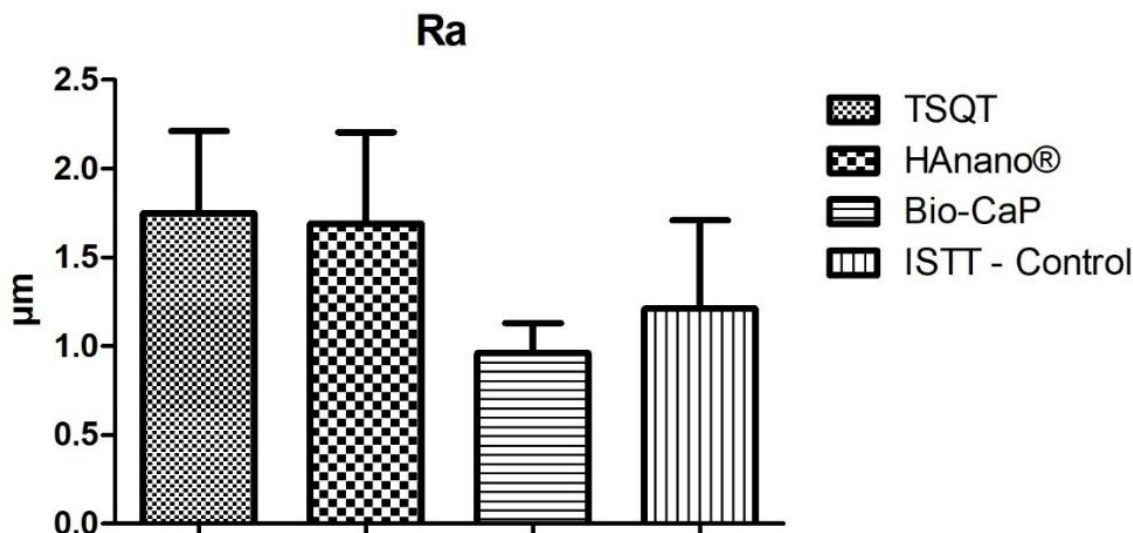
Já ao comparar a Ra entre os revestimentos de Bio-CaP e HAnano®, nas diferentes macrogeometrias, os grupos Bio-CaP/Unitite e Bio-CaP/Strong apresentaram uma menor microrrugosidade, enquanto o Bio-CaP/Epikut apresentou uma Ra próxima a do HAnano®/Epikut Plus comercial (Gráf. 6). O padrão de microrrugosidade nas diferentes macrogeometrias do HAnano® vai de encontro com os dados correlacionados entre microrrugosidade e macrogeometria já discutidos no Bio-CaP acima.

Gráfico 6 – Comparação entre os revestimentos Bio-CaP e HAnano® nas diferentes macrogeometrias.



Isolando a análise estatística quanto ao tipo de revestimento nas diferentes macrogeometrias utilizadas, considerando somente o revestimento, os valores de Ra tratados através do método da análise de variância (One-Way - ANOVA) e complementados pelo post-test de Tukey, com nível de significância de 5% ($p < 0,05$), não revelaram diferença estatística entre os grupos ($p = 0,544$). Entretanto, foi possível verificar uma maior Ra nas superfícies com TSQT, seguida do revestimento comercial HAnano®, ISTT, grupo sem revestimento (Controle), e Bio-CaP, apresentando a menor Ra (Gráf. 7).

Gráfico 7 – Microrrugosidade superficial das diferentes superfícies e revestimentos.



O elevado Ra dos revestimentos de HAnano® sugeriu ser uma resultante associativa de um revestimento de menor espessura quando comparado ao Bio-CaP, adicionado a uma deposição não uniforme do filme, pela presença de acúmulo de material (Fig. 8, setas azuis), alto número de “micropits” (Fig.8 C.1) não recobertos pelo HAnano® e algumas microtrincas (Fig.8 B.1, C e C.1 setas vermelhas). Corroborado ainda pelas análises das sessões transversais (Fig. 16) com áreas sugestivas de vazios ou defeitos de deposição tanto nas regiões de CC (Fig. 16 A.1, B.1 e C.1) quanto nas regiões de TR (Fig. 16 A.2, B.2 e C.2).

Assim como os revestimentos de HAnano®, o alto Ra do grupo de implantes tratados pelo método de TSQT para a formação da camada de titanato de sódio, resultou de uma microtextura em forma de microagulhas disposta de forma irregulares (Fig. 11 A, B e C – setas amarelas), com áreas de camadas densas e áreas microporosas (Fig. 10 A.2,A.3, B.2, B.3,C.2 e C.3, setas vermelhas e verde), com presença de estruturas cristalinas (Fig.10 A.4, B.4 e C.4, setas brancas) e microtrincas

(Fig. 11. A.1, C e C.1, setas roxas). Nesse contexto, o alto Ra do grupo TSQT vai de encontro ao objetivo de preparo de superfície para a posterior deposição do revestimento biomimético de Bio-CaP.

Já a menor Ra apresentada entre as superfícies de Bio-CaP, sugeriu ser uma resultante de uma superfície mais homogênea associada a maior espessura de revestimento, quando comparada ao Ra do TSQT e do HAnano®. Estes dados sugerem uma superfície mais regular, com menor porosidade, mesmo quando remetemos aos dados apresentados no MEV-FIB de maior microporosidade na região de CC (Fig. 14 A, B e C) e uma microestrutura mais densa na região de TR (Fig. 14 A.1, B.1, C.1) ou no MEV-FEG, onde foram apresentados alguns aglomerados dispersos na superfície (Fig.12 A2, B2 e C2, setas amarelas) e microporosidades de diferentes tamanhos (Fig.12 A2, A.3, B2, B.3, C.2 e C.3, setas azuis). Em adição, a maior espessura dos revestimentos de Bio-CaP possibilitou uma menor presença de “micropits”, demonstrados nas imagens de MEV das Figs. 12 e 14, acarretando menor Ra.

5.2.4 Difração de raios-X com incidência rasante (GIXRD)

5.2.4.1 Difractogramas dos implantes dentários usados

Podemos observar abaixo nas figuras 24,25 e 26 a prevalência de titânio (Ti) e óxidos de titânio nos implantes usinados antes do tratamento químico e térmico e da deposição do revestimento de Bio-CaP, no Implante Epikut (Fig. 24), Strong (Fig. 25) e Unitite (Fig. 26).

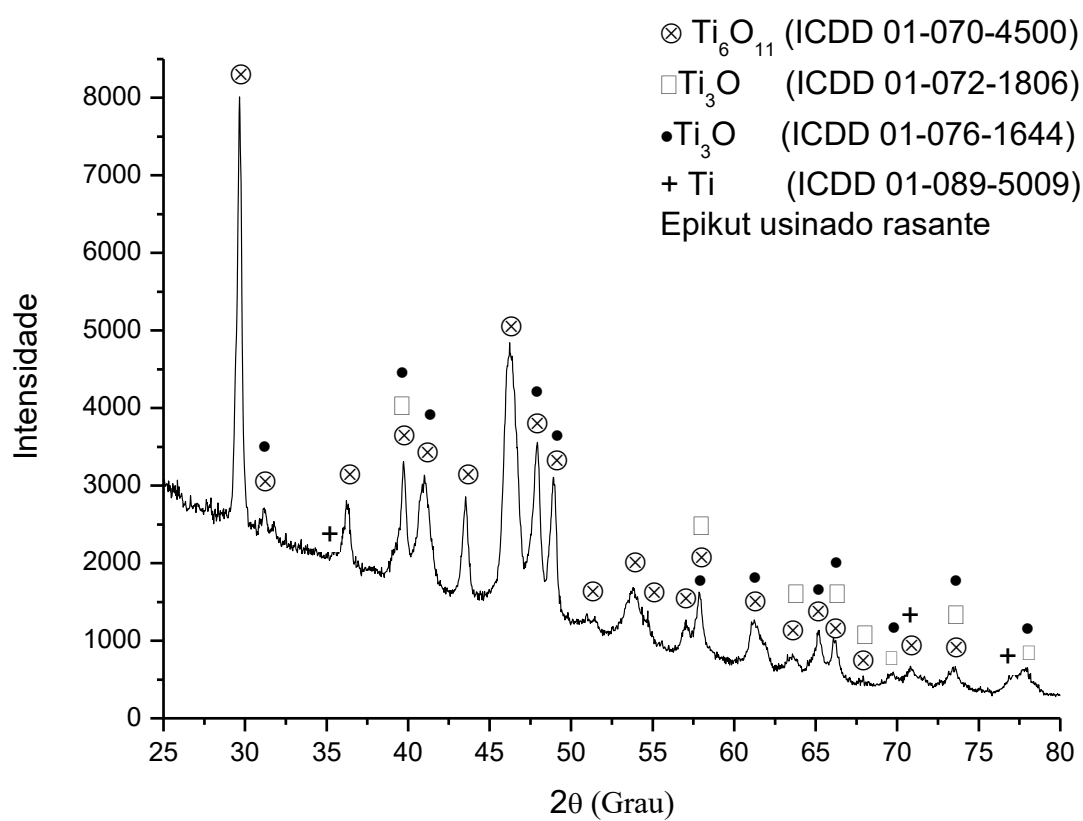


Figura 24. DRX do implante ISTT/Epikut.

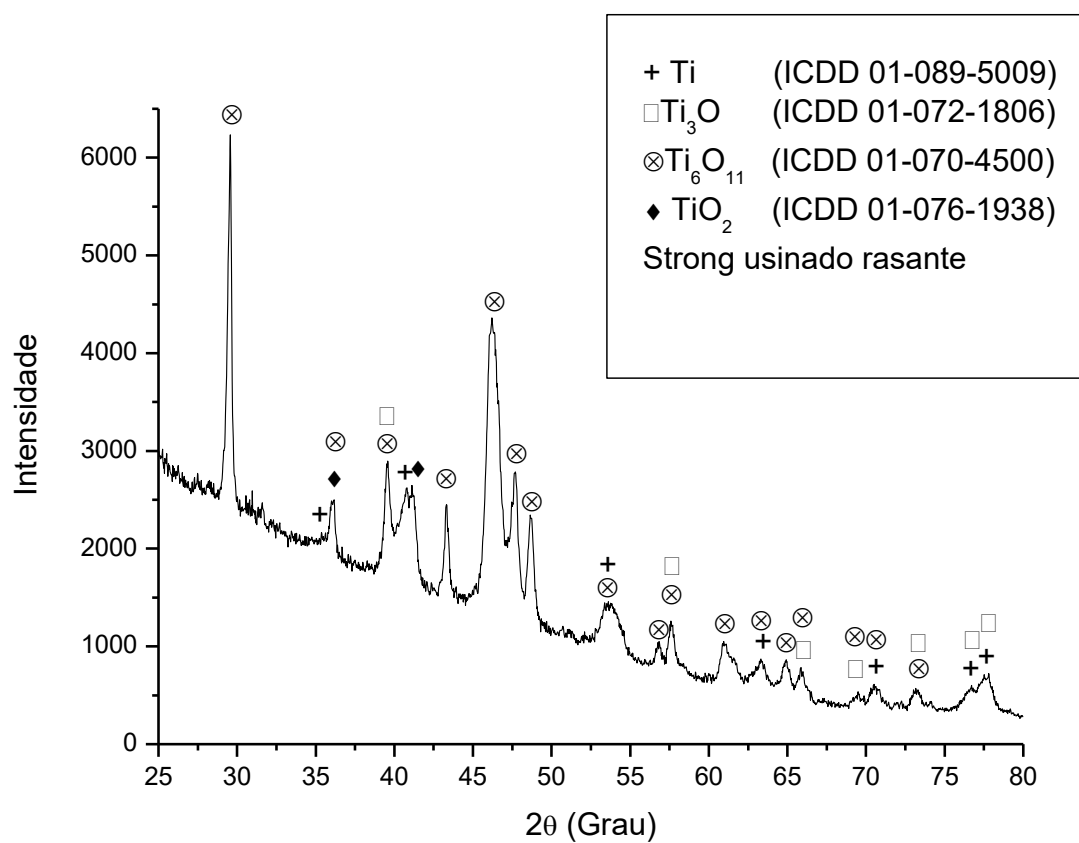


Figura 25. DRX do implante ISTT/Strong

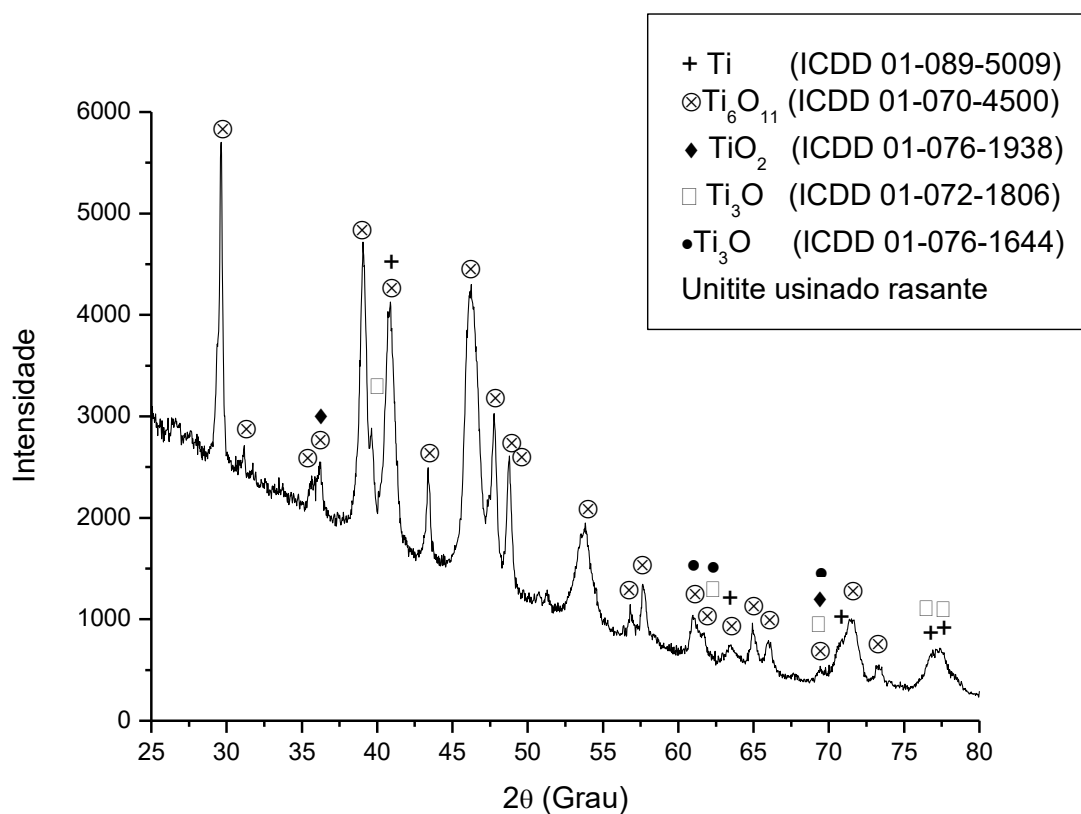


Figura 26. DRX do implante ISTT/Unitite

5.2.4.2 Difractogramas dos implantes dentários com tratamento químico e térmico (TSQT).

Após o tratamento químico e térmico podemos observar além do Ti e óxidos de titânio, o surgimento da fase cristalina de titanato de sódio ($\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$) nos implantes TSQT/Epikut (Fig. 27), TSQT/Strong (Fig. 28) e TSQT/Unitite (Fig. 29).

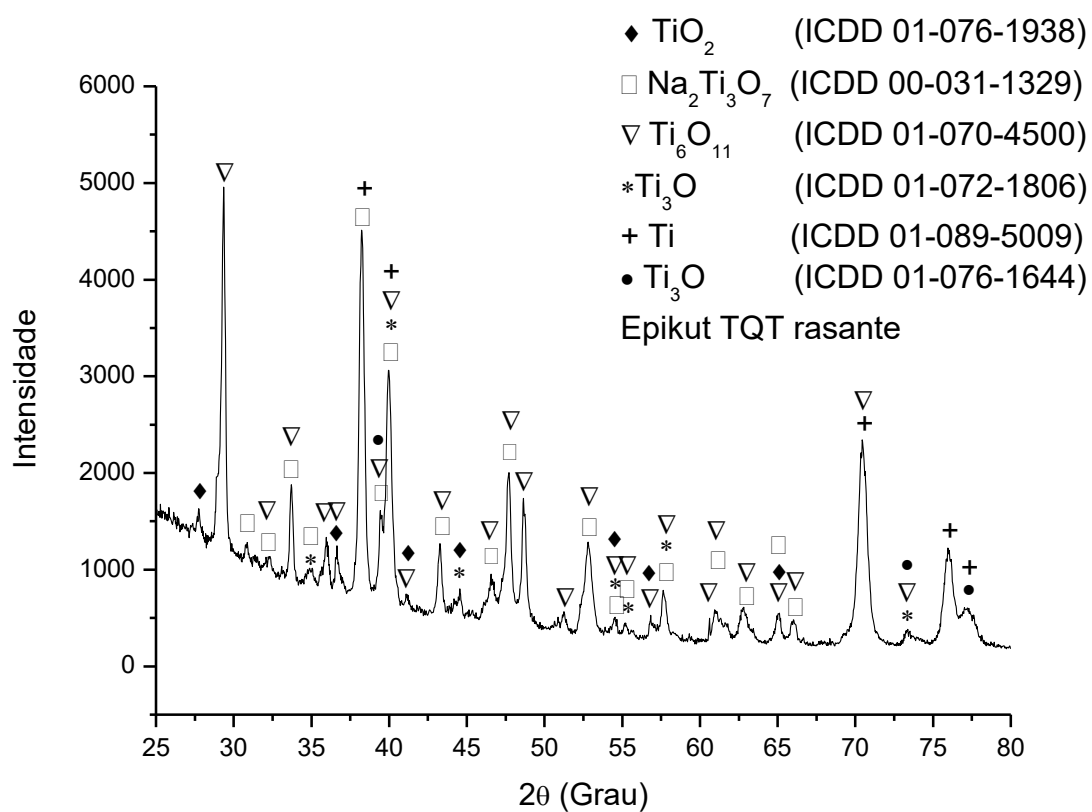


Figura 27. DRX do implante TSQT/Epikut.

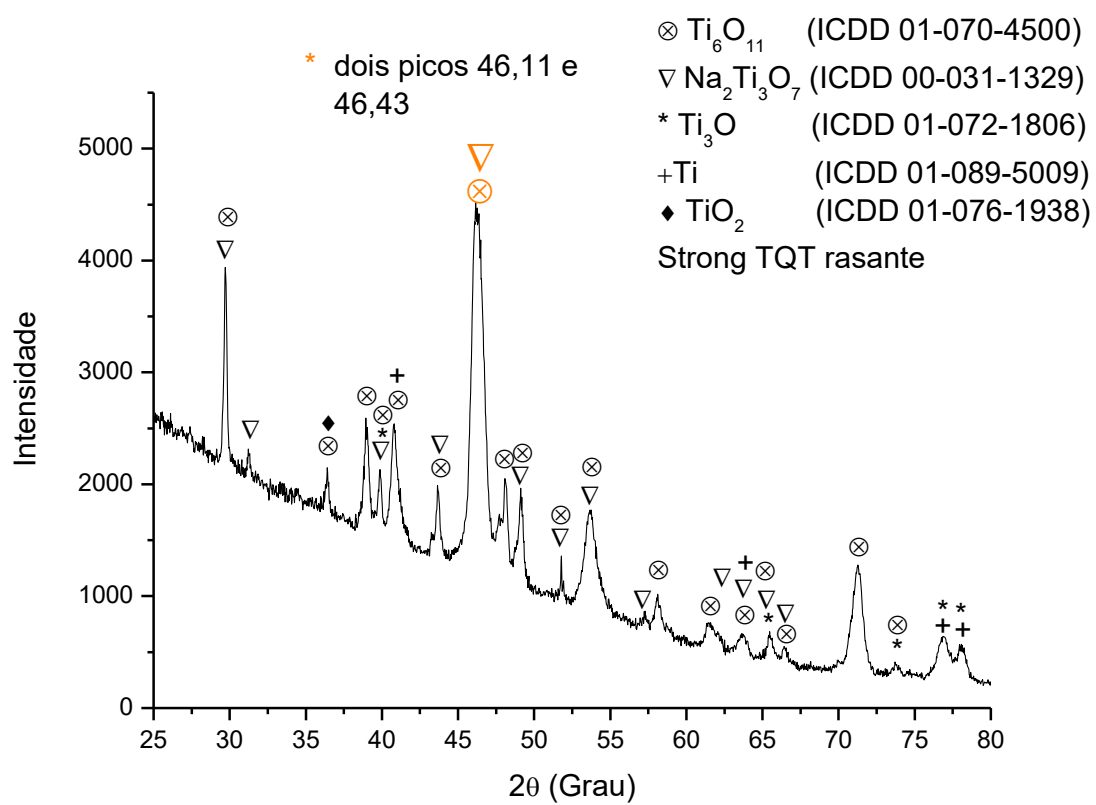


Figura 28. DRX do implante TSQT/Strong.

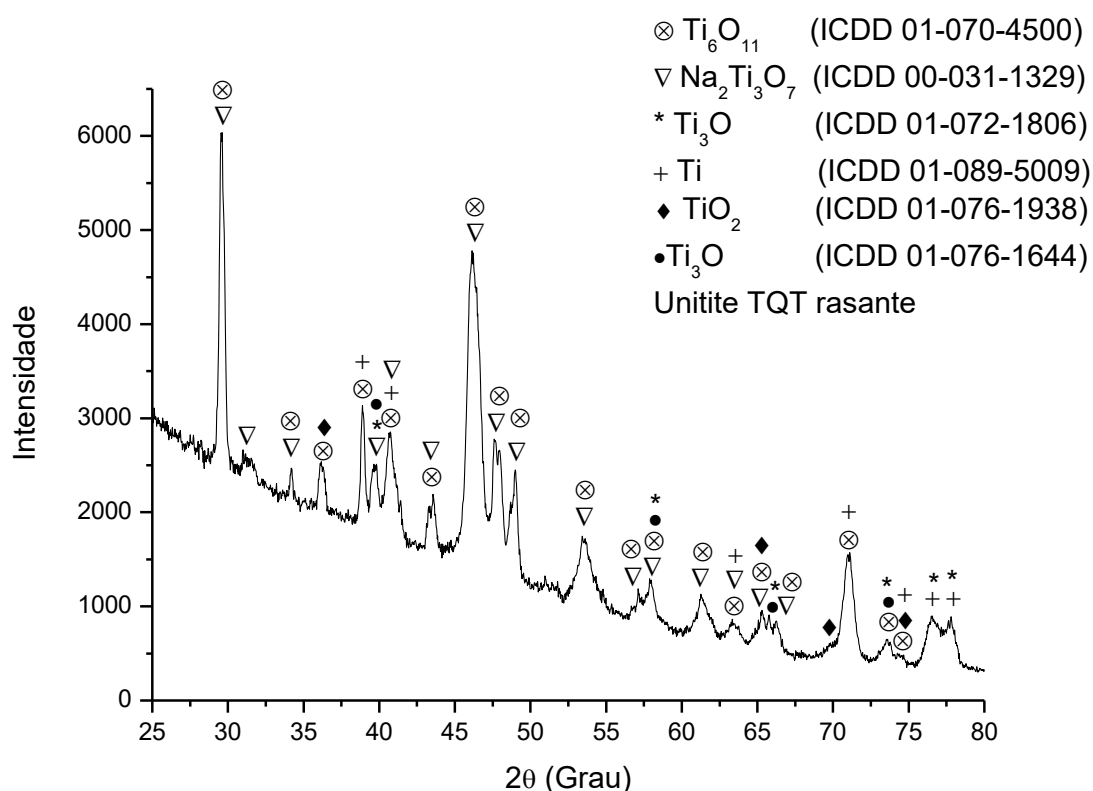


Figura 29. DRX do implante TSQT/Unitite.

5.2.4.3 Difratoograma dos implantes dentários com revestimento Bio-CaP

Podemos observar nos difratogramas abaixo (figuras 30, 31 e 32) o surgimento das fases cristalinas correspondes à hidroxiapatita (HA) e o beta- fosfato tricálcico (β -TCP), além dos compostos citados anteriormente, corroborando com os resultados de EDS, onde se observa a presença dos elementos cálcio e fósforo apenas nos implantes com revestimento de Bio-CaP. Os picos de HA e β -TCP aparecem nos difratogramas com baixa intensidade possivelmente devido aos seguintes fatores: i) baixa cristalinidade; ii) pequena quantidade na superfície que é caracterizada pela fina camada depositada, comprovada pelos resultados de MEV-FIB na seção 5.2.2.2; iii) alta intensidade dos picos de Ti e seus óxidos, que acabam sobrepondo aos picos dos fosfatos de cálcio.

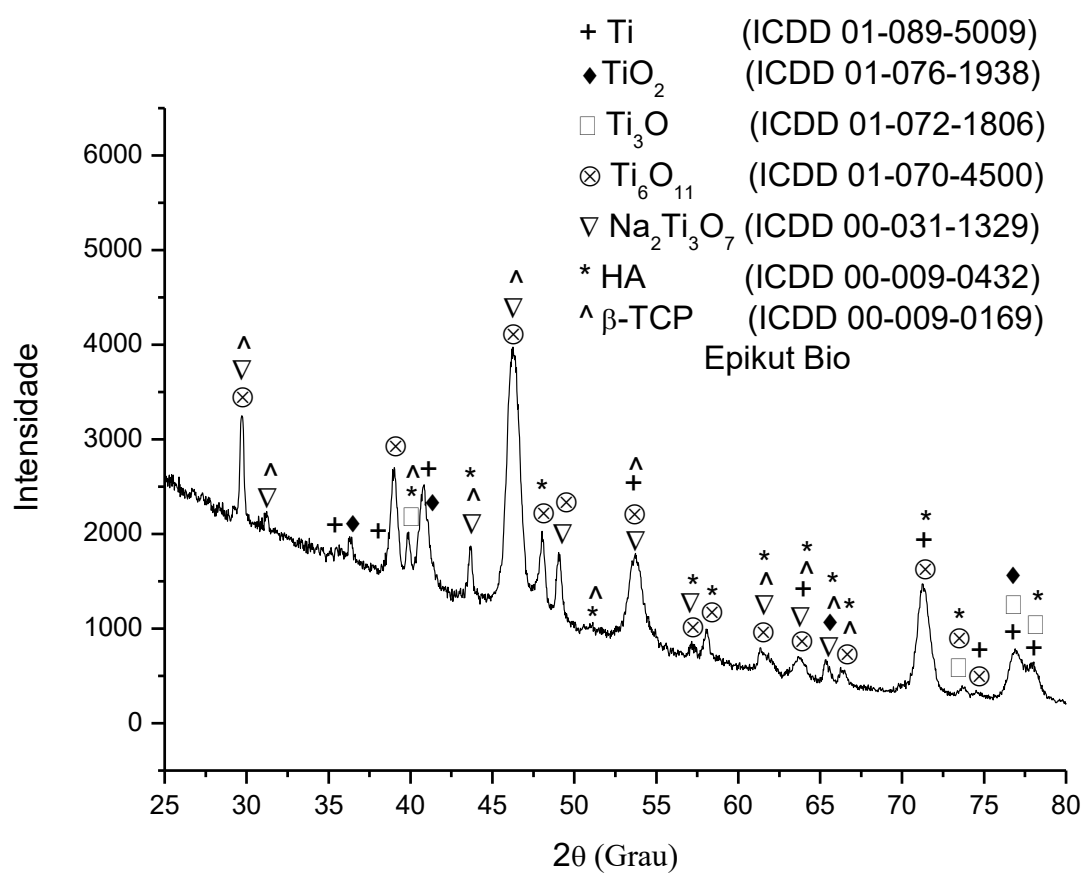


Figura 30. DRX do implante Bio-CaP/Epikut.

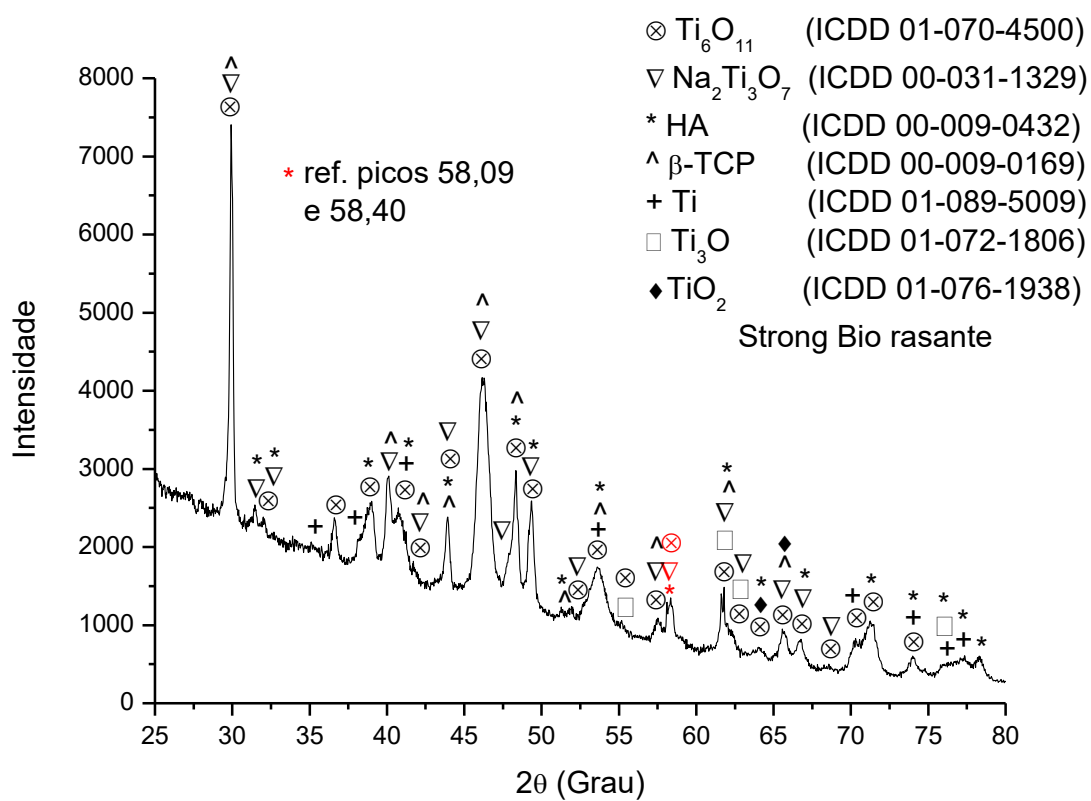


Figura 31. DRX do implante Bio-CaP/Strong.

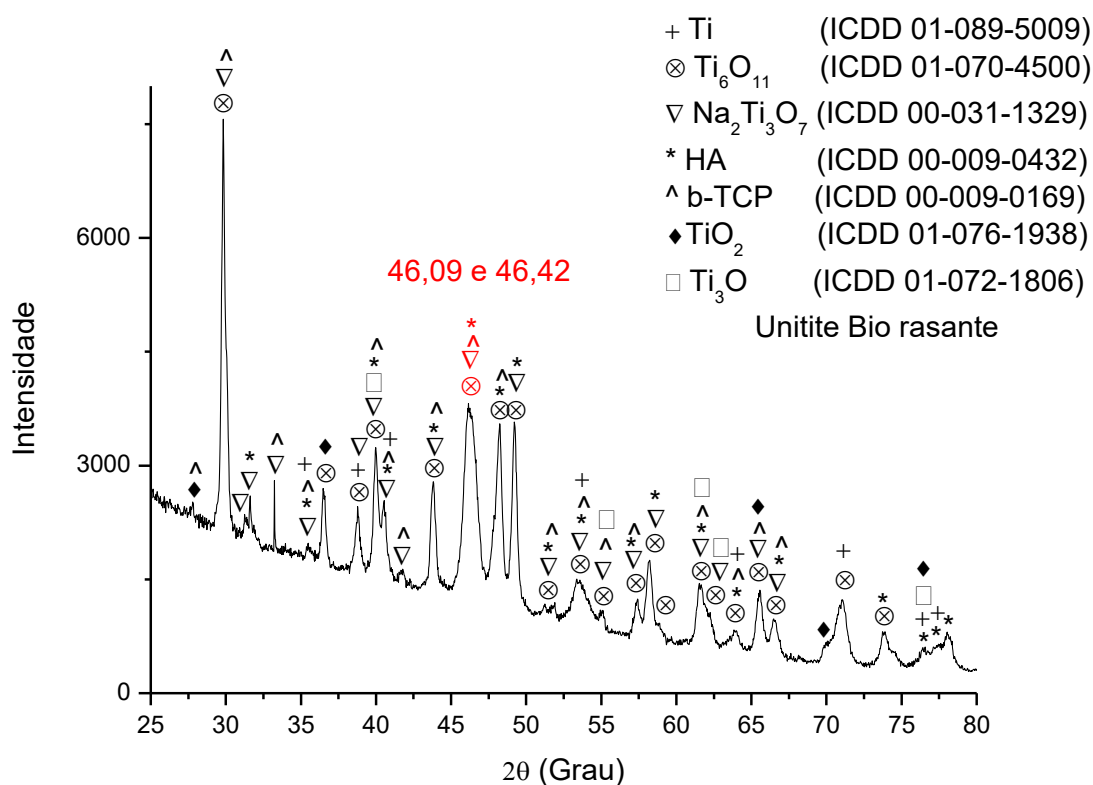


Figura 32. DRX do implante Bio-CaP/Unitite.

5.3 MICRO / NANO CARACTERIZAÇÃO DA SUPERFÍCIE BIOMIMÉTICA DE FOSFATO DE CÁLCIO (Bio-CaP) APÓS INSTAÇÃO ÓSSEA

5.3.1 Análise das superfícies biomiméticas de Bio-CaP após implantação

Microtomógrafo 3D

A análise no μ -CT revelou o intertravamento dos três implantes analisados: Bio-CaP/Strong, Bio-CaP/Epikut e Bio-CaP/Unitite, demonstrando contato com a medular óssea dos CPsBones em todos os implantes utilizados, conforme observado pelo software Dataviewer (Fig. 33 A, B e C). A região periférica dos implantes apresentou valores percentuais semelhantes de densidade mineral óssea média (Bio-CaP/Epikut 0,550% BDM, Bio-CaP/Strong 0,403% BDM e Bio-CaP/Unitite 0,438% BDM). A adição desses dados, aliada à utilização de implantes com os mesmos

torques finais de instalação, assegurou-se a padronização das forças exercidas sobre as superfícies biomiméticas de Bio-CaP, permitindo uma melhor análise comparativa.

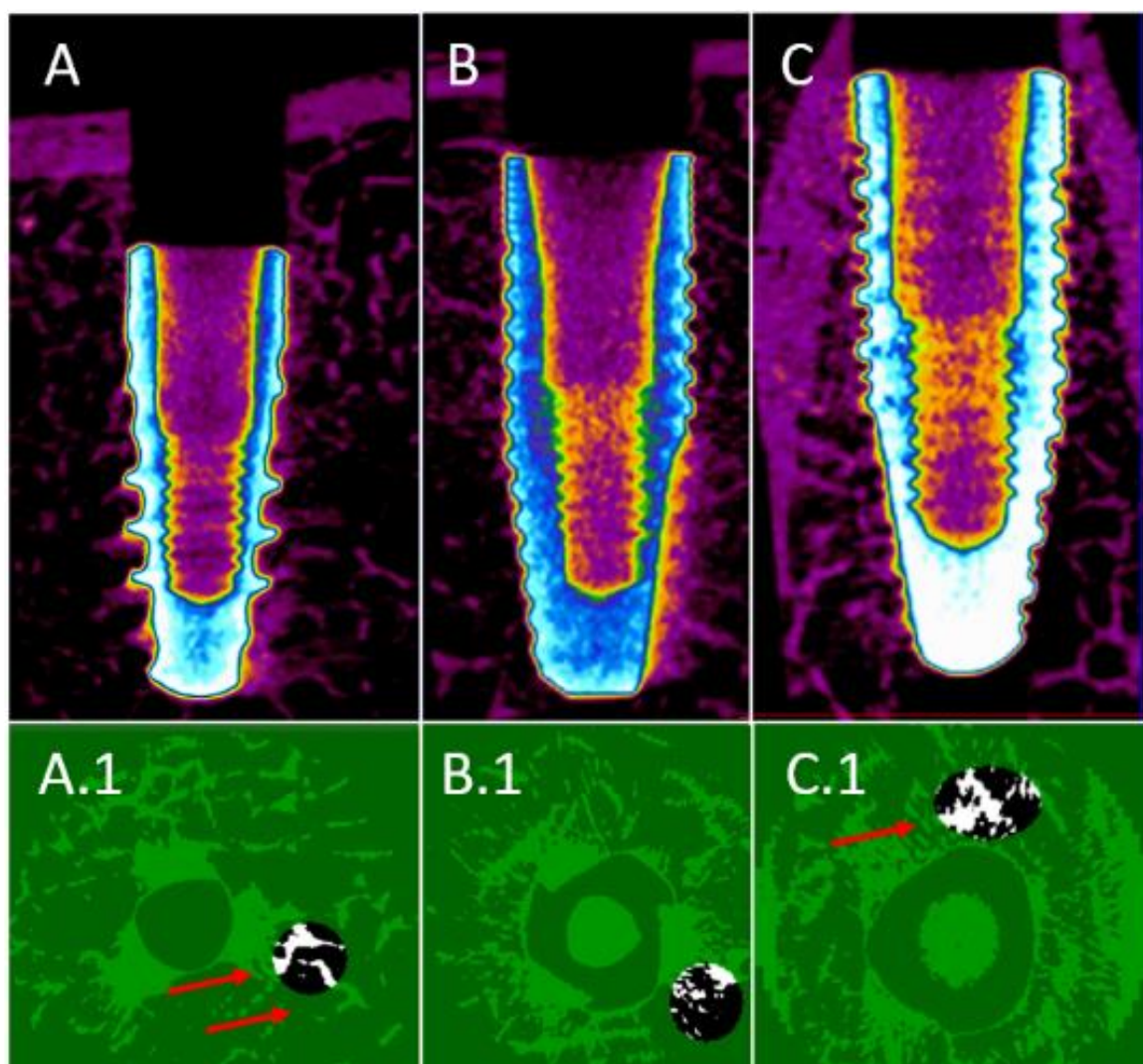


Figura 33 – Reconstrução 3D dos implantes com revestimento de Bio-CaP instalados nos CPsBones. Corte transversal do Bio-CaP/Epikut (A), Bio-CaP/Strong (B) e Bio-CaP/Unitite (C) demonstrando todas as superfícies em íntimo contato com as medulares ósseas. Corte axial demonstrando as áreas de eleição para análise da BMD no Bio-CaP/Epikut (A.1), Bio-CaP/Strong (B.2) e Bio-CaP/Unitite (C.3).

5.3.2 Micro/nano caracterização da superfície biomimética de fosfato de cálcio (Bio-CaP) após instalação óssea

As eletromicrografias no MEV-FIB dos implantes instalados revelaram a presença do revestimento de Bio-CaP por toda a superfície, mesmo após a instalação nas três macrogeometrias analisadas, demonstrando uma boa resistência à adesão.

Porém, a nanoestrutura do Bio-CaP mostrou ter sofrido alterações em sua superfície, apresentando áreas fortemente densas, sugerindo uma compactação devido às forças compressivas, de tensão e corte, geradas durante as implantações.

O atrito promovido sugeriu áreas de arraste do revestimento de Bio-CaP, acarretando em regiões sugestivas de micropits (Fig. 34 B.1, B.1.1, A.2 e C.1, Fig. 3 C.1 e Fig. 36 C.1, setas amarelas) microtrincas (Fig. 35 A.1 e A.2 e Fig. 36 B.1, setas verdes), com acúmulos do revestimento nas bordas (Fig. 34 B.1.1 e Fig. 35 A.2, setas roxas). Foram visualizadas áreas com forte carregamento, sugestivas de acúmulo de material (Fig. 35 B.1 e Fig. 36 C.1.1, setas roxas) devido ao movimento de arraste sofrido pelo revestimento de Bio-CaP. A presença de matéria orgânica óssea aderida em todas as superfícies também foi evidente (Fig. 34 A.1, B.1, A.2 e C.1 e Fig. 36 B.1 e C.2, setas vermelhas). Além disso, a superfície do revestimento de Bio-CaP também apresentou áreas sugestivas de microporos (Fig. 35 B.1.1, setas azuis).

O efeito de arraste pode ser mais bem evidenciado ao observar a figura 4 A.1, que demonstra a ação do atrito entre o osso e o revestimento biomimético de Bio-CaP através de ranhuras horizontais paralelas resultantes da implantação (fig. 4 A.1, setas marrons), o que sugere ser ranhuras sobre a superfície do revestimento.

Em adição, após a implantação, ao comparar os revestimentos de Bio-CaP depositados nas três macrogeometrias, Bio-CaP/Epikut, Bio-CaP/Strong e Bio-CaP/Unitite, em TR e CC e nos diferentes terços do implante, terço apical e médio, as eletromiografias não demonstraram diferença quanto à microestrutura dos revestimentos.

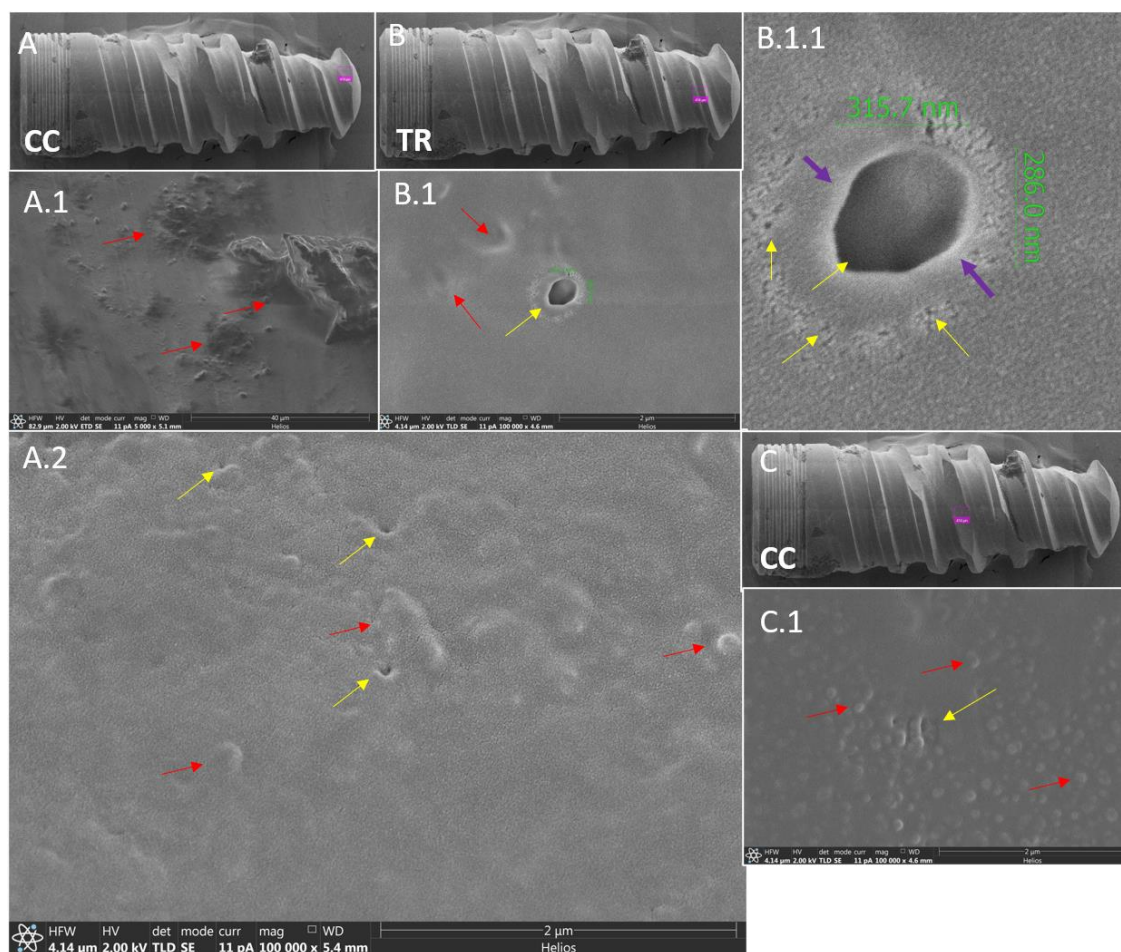


Figura 34 – Bio-CaP/Epikut após instalação. Área de análise demarcada na CC (A) e no TR (B) no terço apical e CC no terço médio do implante (C), demonstrando partículas ósseas (A.1, B.1 e C.1, setas vermelhas), micropits (A.2, B.1, B.1,1 e C.1, setas amarelas). Imagem B.1 ampliada demonstrando áreas sugestivas de acúmulo de revestimento (B.1.1, setas roxas).

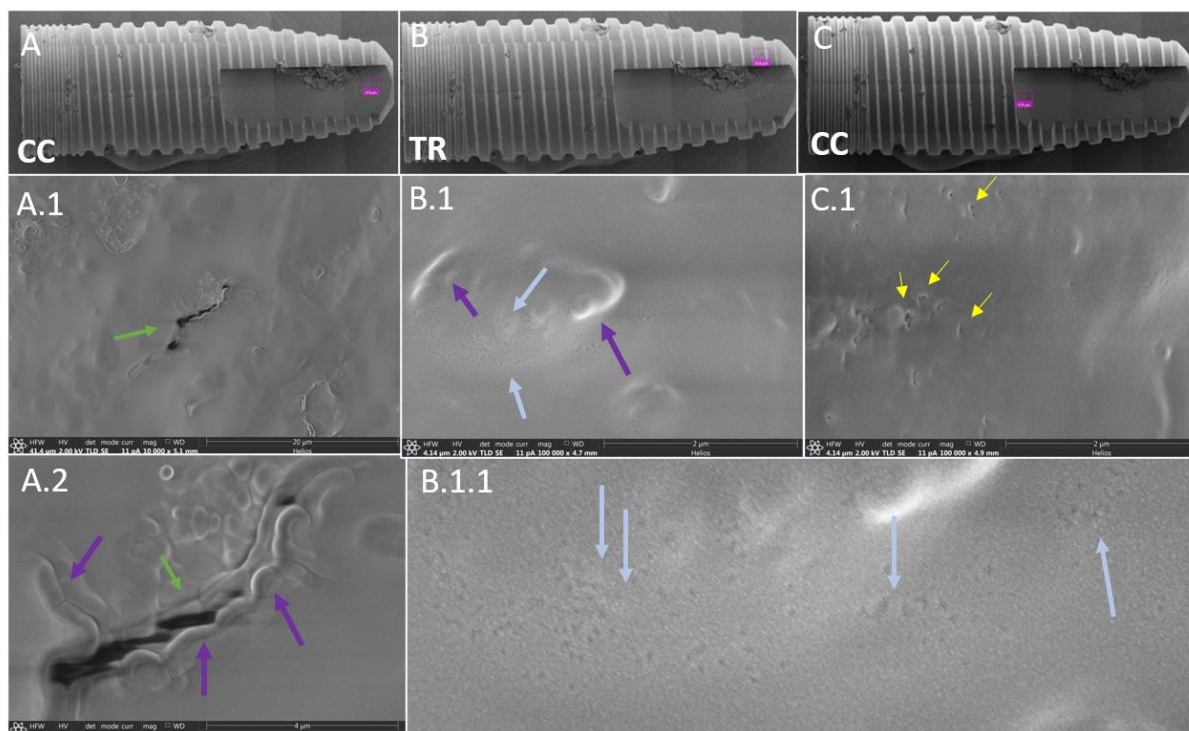


Figura 35 – Bio-CaP/Strong após instalação. Área de análise demarcada na CC (A) e no TR (B) no terço apical e CC no terço médio do implante (C), demonstrando microtrincas (A.1 e A.2, setas verdes), micropits (C.1, setas amarelas) e acúmulo de revestimento (A.2 e B.1, setas roxas). Imagem B.1 ampliada demonstrando as áreas sugestivas de microporos (B.1.1, setas azuis).

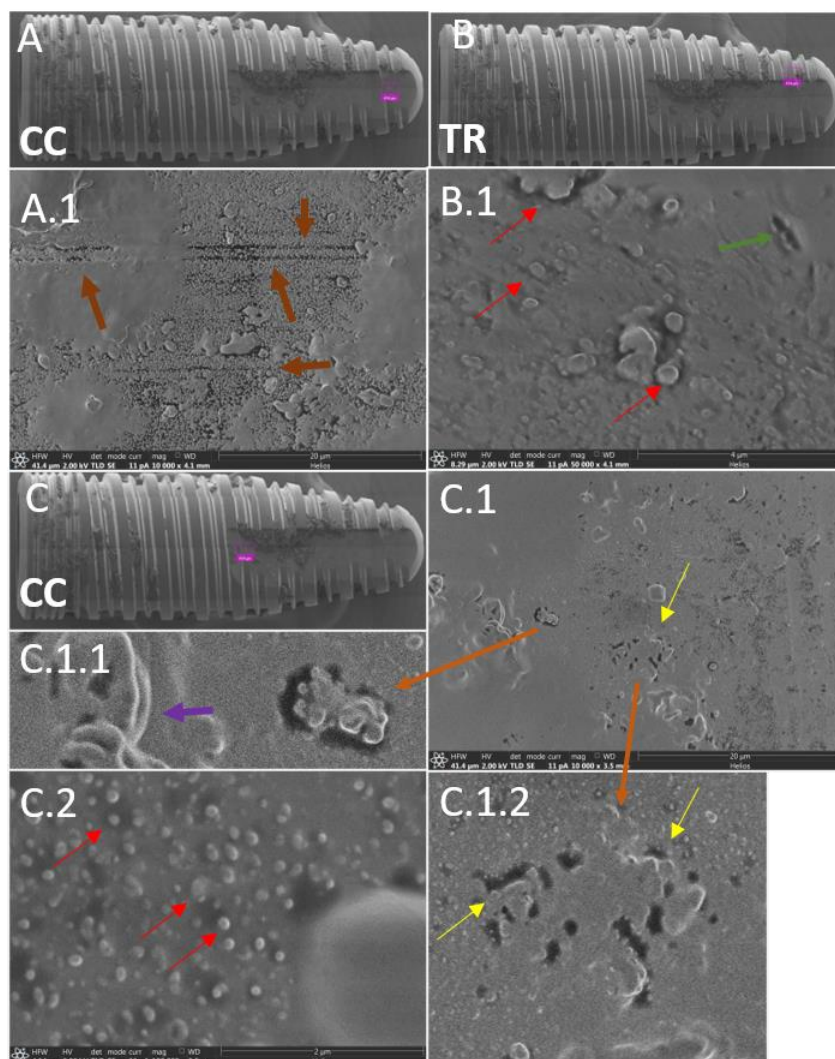


Figura 36 – Bio-CaP/Unitite após instalação. Área de análise demarcada na CC (A) e no TR (B) no terço apical e CC no terço médio do implante (C), demonstrando microtrincas (B.1, setas verdes), micropits (C.1 e C.1.2, setas amarelas) e acúmulo de revestimento (C.1.1, seta roxa). Imagem C.1 ampliada demonstrando as áreas sugestivas de micropits (C.1.2, setas amarelas) e C.1.1 demonstrando área sugestiva de partícula óssea aderida na superfície do revestimento delimitada por um defeito na imagem em forma de halo (setas laranjas). A imagem A.1 demonstra ranhuras horizontais paralelas resultantes do atrito entre o osso e o revestimento Bio-CaP durante a implantação (setas marrons).

A análise da espessura e da interface das seções transversais dos revestimentos de Bio-CaP após a implantação demonstrou a integridade dos mesmos, sugerindo boa resistência à adesão, evidenciada pela forte interface com a superfície metálica, e similaridade microestrutural em comparação com as seções transversais observadas no MEV-FIB antes das implantações (Fig. 15). Entretanto, a análise

comparativa entre imagens transversais anteriores (Fig. 15) e posteriores (Fig. 30) a instalação óssea na região de TR, sugeriram uma redução na microporosidade, indicando uma possível compactação do revestimento devido ao arraste de material causado pelo atrito com o osso durante a implantação, como demonstrada na figura 37 A.2.1 (seta azul).

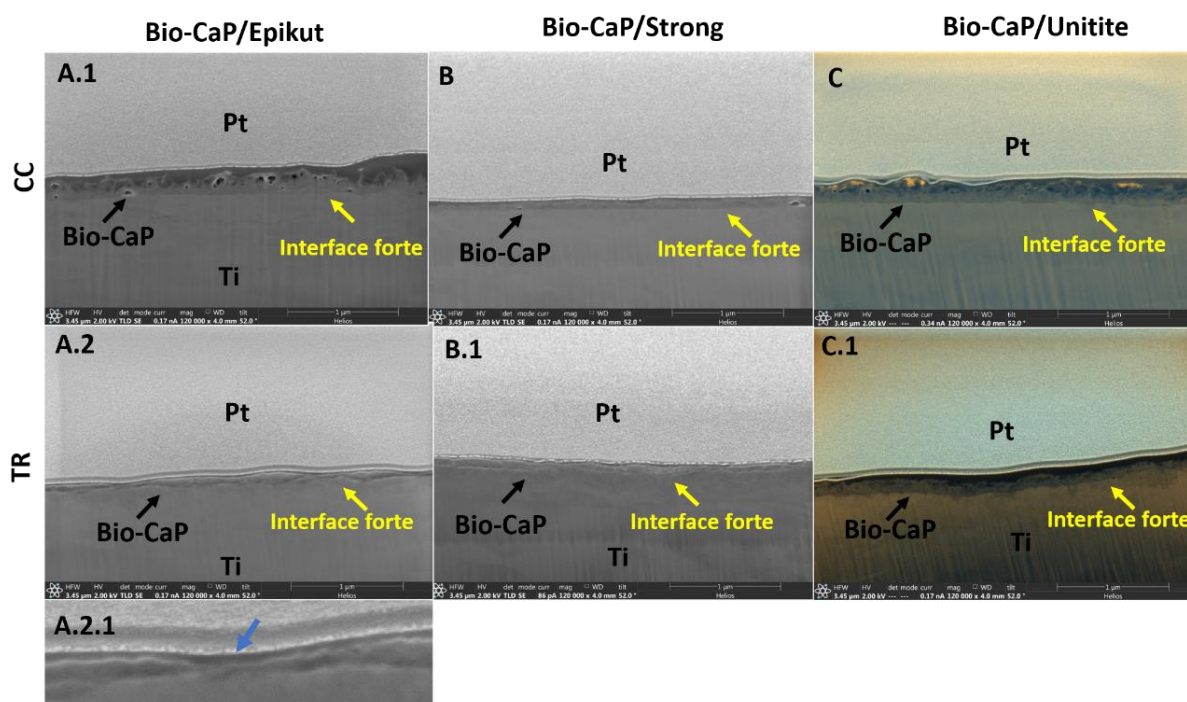


Figura 37 – Microanálise de espessura por MEV-FIB do revestimento de Bio-CaP nas regiões de CC e TR após implantação: Bio-CaP/Epikut (A.1, A.2 e A.2.1), Bio-CaP/Strong (B.1 e B.2), Bio-CaP/Unitite (C.1 e C.2). Estrutura microporosa dos revestimentos e a forte interface entre a superfície metálica e o revestimento Bio-CaP, indicando adesão química satisfatória sem a presença de vazios ou defeitos de deposição. A imagem A.2 ampliada na A.2.1 demonstrando na seta azul a redução de espessura do filme.

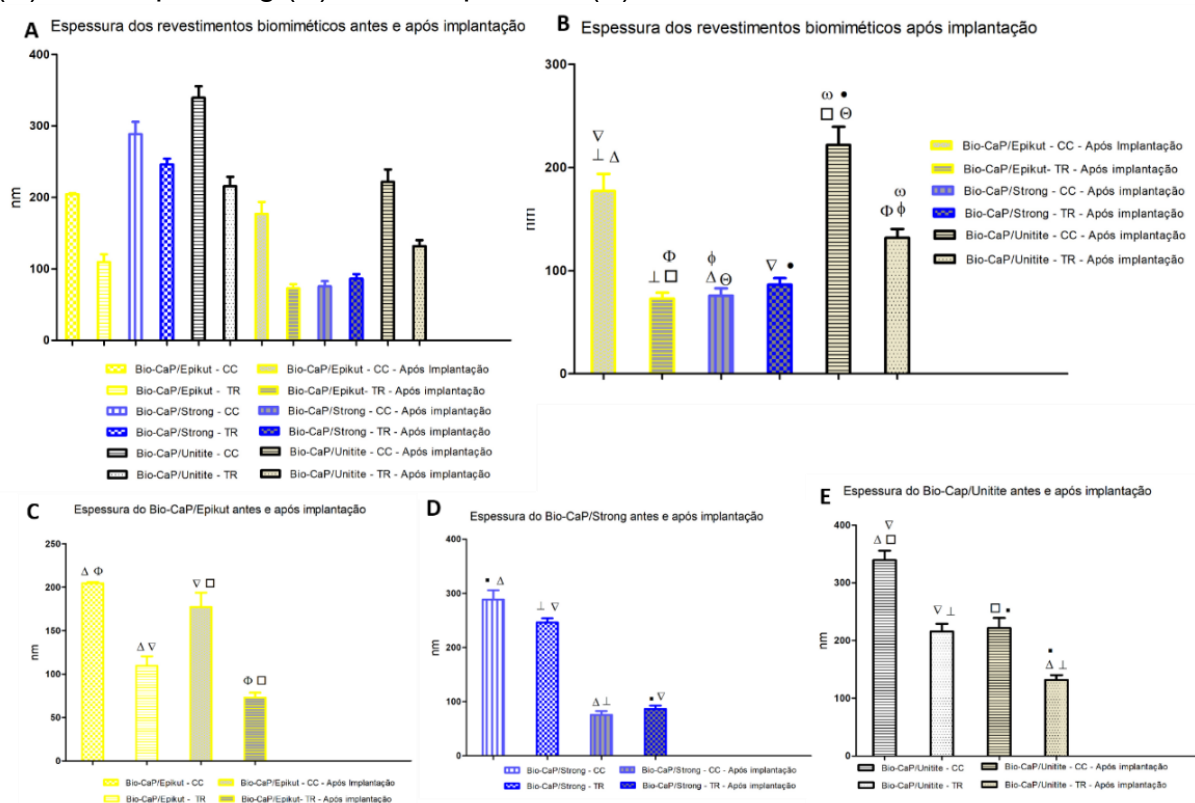
Os dados de espessura, obtidos por análise de imagens de MEV-FIB, dos revestimentos biomiméticos de Bio-CaP após as implantações revelaram uma redução da espessura em todas as macrogeometrias, nas duas regiões analisadas, TR e CC (Tab. 13). A análise estatística através do software GraphPad Prisma 5.01 (Graph Pad Software Inc), pelo método da análise de variância (One-Way - ANOVA) e complementados pelo post-test de Tukey, com nível de significância de 5% ($p <$

0,05), identificou-se diferença estatística ($P < 0,0001$) entre os diferentes implantes e regiões de análise (TR e C) após a implantação, indicados no Gráfico 8.B. A maior espessura de revestimento após implantação foi a do implante Bio-CaP/Unitite CC. O mesmo padrão de maior espessura de filme biomimético na CC quando comparada ao TR se manteve nos grupos Bio-CaP/Epikut e Bio-CaP/Unitite após a implantação, com maior espessura de filme no CC. Já no Bio-CaP/Strong após a implantação, a relação de espessura entre CC e TR revelada na análise prévia implantação foi invertida.

Tabela 13 – Espessura média dos revestimentos de Bio-CaP antes e após a implantação obtida por análise de imagens de MEV-FIB.

Amostra	Espessura média (nm)	
	Região de interesse	
	Câmara de cicatrização	Topo de rosca
Bio-CaP/Epikut - Antes	204,6 ± 3,2	109,6 ± 24,4
Bio-CaP/Strong - Antes	288,7 ± 38,4	246,2 ± 18,0
Bio-CaP/Unitite - Antes	339,5 ± 36,2	215,7 ± 29,9
Bio-CaP/Epikut - após	185,42 ± 37,39	77,84 ± 13,75
Bio-CaP/Strong - após	81,51 ± 17,02	79,88 ± 15,97
Bio-CaP/Unitite - após	220,92 ± 36,2	126,76 ± 20,38

Gráfico 8 – Análise de espessura dos Bio-CaP após implantação. Gráfico dos Bio-CaP antes e após a implantação (A) e análise estatística da espessura dos implantes Bio-CaP após implantação (B). Análise estatística isolado por grupo, Bio-Cap/Epikut (C), Bio-Cap/Strong (D) e Bio-Cap/Unitite (E).



Ao isolar a análise estatística por grupo, o Bio-CaP/Epikut e o Bio-CaP/Unitite apresentaram diferença estatística ($p = 0,0019$ e $p < 0,0001$, respectivamente) na espessura do revestimento quando agrupadas as regiões de CC e de TR antes e após a implantação. Porém, ao comparar somente a mesma região de interesse no Bio-CaP/Epikut, verificou-se a ausência de diferença estatística, entre o CC antes e após a implantação e o TR antes e após a implantação. Contrariamente, a análise do Bio-CaP/Strong e do Bio-CaP/Unitite revelaram diferenças estatísticas ($p = 0,0001$ e $p < 0,0001$, respectivamente) quando comparado o CC antes e após a implantação e entre o TR antes e após a instalação, indicando uma perda e/ou compactação significativa do revestimento nas mesmas regiões de interesse, nos diferentes momentos.

Tomando as medidas de espessura inicial e após as instalações dos revestimentos de Bio-CaP e calculando o percentual de perda ou redução de espessura, percebe-se uma elevada perda ou compactação do revestimento Bio-CaP/Strong, enquanto o Bio-CaP/Epikut e Bio-CaP/Unitite se mantiveram abaixo dos 50% de perda ou redução da espessura (Tab. 14).

Tabela 14 – Percentual de perda/redução de espessura média dos revestimentos de Bio-CaP após a implantação.

Amostra	Perda ou compactação de Espessura média %	
	Região de interesse	
	Câmara de compensação	Topo de rosca
Bio-CaP/Epikut	9.37%	28,97%
Bio-CaP/Strong	71.76%	67,55%
Bio-CaP/Unitite	34.92%	41,23%

Logo, baseado nestes dados acima, somente o Bio-CaP/Epikut foi capaz de manter o revestimento de Bio-CaP sem perdas ou deformações/reduções significativas. Estas análises evidenciaram a forte influência da macrogeometria dos implantes, após instalação em osso bovino com microdureza média de $14,8 \pm 2,1$ HV (Tab. 15), nas propriedades micro e nanoestruturais dos revestimentos de Bio-CaP, uma vez que as características de intertravamento, forças axiais e transversais que cada desenho de rosca e de câmara de cicatrização possui, exerce um efeito em maior ou menor grau sobre o revestimento.

Apesar dos efeitos sofridos após as instalações em osso bovino, os resultados descritos acima mostraram que os revestimentos de Bio-CaP se mantiveram presentes, íntegros e aderidos à superfície dos implantes dentários com diferentes macrogeometrias, demonstrando um grande potencial de aplicação na área da odontologia.

5.4 RESULTADOS MICRODUREZA

Na figura 39 abaixo podemos avaliar algumas indentações feitas no Corpo de Prova de osso bovino.

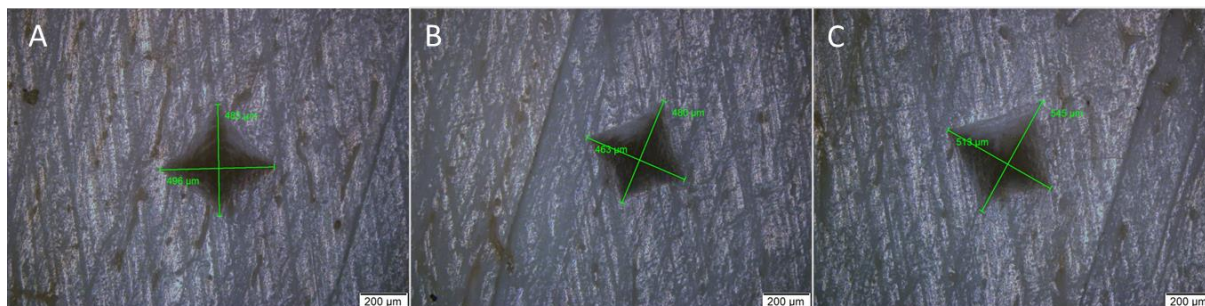


Figura 39. A, B e C imagens de algumas indentações do teste de microdureza.

Na tabela 15 abaixo temos a média da dureza Vickers calculada a partir das cinco indentações realizada em CP.

Tabela 15 - Dureza Vickers - osso bovino

Medida	d ₁ (µm)	d ₂ (µm)	d (µm)	HV
1	0,479	0,464	0,4715	16,68284
2	0,485	0,496	0,4905	15,41542
3	0,48	0,463	0,4715	16,68284
4	0,524	0,546	0,535	12,95764
5	0,552	0,556	0,554	12,08409
Média	14,76 ± 2,13			

6. DISCUSSÃO

Atualmente existem vários pesquisadores que não medem esforços para desenvolverem melhorias na área da implantodontia, melhorias foram feitas na macrogeometria dos implantes dentários como mudanças relacionadas ao formato das roscas, formato delas, entre outras. As pesquisas relacionadas a superfície dos implantes permitiram o desenvolvimento de nanosuperfícies, através de diversas técnicas física e químicas proporcionando uma interação célula/implante mais promissora principalmente para situações adversas como osso de baixa densidade. Em nosso estudo buscamos avaliar o comportamento da superfície com revestimento biomimético de Bio-CaP após a instalação em osso bovino.

6.1 Implantes HAnano / Microanálise elementar

Os implantes S.I.N. utilizam o método Promimic nano HA, este método compreende a formação de uma fase líquida cristalina em uma solução aquosa com cálcio, fósforo e um tensoativo imersos em uma atmosfera de amônia para que os cristais nanométricos sejam formados (ALMEIDA *et al.*, 2023).

SARTORETO *et al.*, 2020, em um estudo que teve como objetivo avaliar: a topografia das superfícies de três diferentes marcas comerciais; respostas biomecânicas, histomorfométricas e histológicas do osso verificou a presença do elemento químico vanádio no implante Epikut Plus após a realização de EDS, assim como ALMEIDA *et al.*, 2023, também encontraram este elemento químico no mesmo implante, em nossa pesquisa não constatamos a presença de tal elemento (vanádio), assim como MELLO-MACHADO *et al.*, 2021, não encontraram este elemento químico no implante Epikut Plus após a análise de EDS.

6.2 Titanato de sódio/EDS

Em nossos achados todas as superfícies das amostras que foram submetidas ao tratamento químico e térmico verificamos a formação de cristais semelhantes a agulhas de titanato de sódio. Esta microestrutura é parecida aos titanatos de sódio observados por Ribeiro *et al.*, 2012; e os cultivados em *scaffolds* 3D de Ti e NiTi por WU *et al.*, 2008. O TSQT também promoveu o aumento de rugosidade em algumas amostras.

6.3 Espessura do Revestimento de HA

Em nosso estudo utilizamos uma solução simplificada por 21 dias do fluido corporal simulado descrito por KOKUBO e obtivemos uma espessura do revestimento de Hidroxiapatita na região de topo de rosca e câmara de compensação e conseguimos as maiores medias de 339,5 nm na CC do implante Unitite e 246,2 nm no TR do implante Strong, já BALTATU *et al*, 2021, utilizaram a SBF que possui uma quantidade maior de reagentes e obtiveram revestimentos uniformes como o nosso porém com espessuras de 35 µm para a amostra S1-AH, 29 µm para a amostra S2-AH e 31 µm para a amostra S3-HA. A HA possui algumas desvantagens como tenacidade a fratura, baixa resistência a tração e fragilidade (ABDULGHAFOR *et al.*, 2024). A literatura não aponta qual seria o tamanho ideal do revestimento. RIBEIRO *et al.*, 2013, utilizaram chapas de titânio micro e macroporoso produzidas por metalurgia do pó para o tratamento biomimético, foi utilizada SS por 7, 14 e 21 dias. Obteve valores de espessura para as amostras de $319,91 \pm 151,40$ nm para o CPTi-21, $217,70 \pm 19,87$ para o mTi-21 e $54,30 \pm 11,88$ para o MTi-21. Desvio padrão baixo indica uma uniformidade na espessura dos revestimentos. Uma das grandes limitações deste processo é o tempo, Resende *et al.*, 2008, obtiveram a deposição de

uma fina camada de fosfato de cálcio com aproximadamente 15 μm com apenas sete dias em FCS, o que foi observado em MEV/FIB. ANDRADE (1999), mostrou através deste método que é possível obter revestimentos homogêneos e sem trincas. Utilizando uma média da região de CC obtivemos uma espessura de $277,60 \pm 64.16$ nm, já ROCHA et al., 2011 obteve uma espessura média de $353,00 \pm 20,50$ ao utilizar amostras porosas produzidas pela metalurgia do pó.

BALTATU *et al.*, 2021, revestiram biomimeticamente 3 ligas de Ti através de uma solução SBF. Realizaram análise de micro-indentação, com um aparelho UMTR 2M – CTR, antes e após as ligas serem revestidas. Verificaram que o módulo de Yong foi reduzido em aproximadamente 50%. Antes da deposição o valor era de 103-120 GPa e após o tratamento biomimético as ligas tiveram os seguintes valores $55,35 \pm 0,3$; $56,25 \pm 0,2$ e $56,45 \pm 0,2$. Esta redução é importante pois aproxima o módulo de elasticidade do implante ao osso.

FERREIRA MARTINEZ *et al.* (2018) avaliaram *in vitro*, em discos de titânio, a influência de nanocristais de hidroxiapatita depositados sobre superfícies tratadas com duplo ataque ácido, comparando com superfície tratada apenas com duplo ataque ácido. Em ambas as superfícies foram feitos cultivo celular com pré-osteoblastos por 72 horas. Observou-se uma maior viabilidade celular, aumento do colágeno tipo I e uma maior proliferação celular nas superfícies tratadas com HA quando comparadas com a superfície sem HA. Uma quantidade maior de osteopontina foi observada nas primeiras 24 horas na nanosuperfície quando comparada à superfície de controle, após 48 horas nenhuma diferença significativa foi observada.

JIMBO *et al.* (2012) avaliaram histologicamente dois grupos de implantes onde no grupo 1 os implantes foram submetidos a jateamento com posterior tratamento

ácido e revestimento com HA nanométrica, enquanto no grupo 2 foi realizado o mesmo tratamento anterior sem HA. Os implantes foram inseridos em tíbias de coelhos e os pesquisadores observaram que não houve diferença histomorfométrica entre os grupos, os testes nanomecânicos ósseos mostraram uma uniformidade nas regiões avaliadas, entretanto verificaram valores maiores no grupo com tratamento revestido de hidroxiapatita quando comparado com o grupo controle.

6.4 Perfilometria

KRELLER *et al.* (2021) realizaram um estudo com placas de Ti6Al4V e utilizaram concentrações supersaturadas de SBF para revestimento biomimético. Foi utilizado previamente HCl por 2h a 50°C nas amostras, lavados e embebidos em solução NaOH 10 M a 60 °C por 24h, lavados e imersos nas soluções supersaturadas a 37°C trocando a solução a cada dois dias até completar 14 dias. As amostras tiveram os seguintes valores: Ti6Al4V (controle) $R_{um} = 3,40 \pm 0,17 \mu m$; BCPX1 $R_{um} = 3,88 \pm 0,39 \mu m$; BCPx1,5 $R_{um} = 2,50 \pm 0,16 \mu m$; BCPx2 $R_{um} = 11,29 \pm 1,50 \mu m$ e CaBCPx1,5 $R_{um} = 14,25 \pm 1,49 \mu m$, o aumento da concentração da solução reduziu a rugosidade na primeira amostra BCP1,5 e as amostras BCPX2 e CaBCPca,5 foram tratadas previamente a solução com CaCl. Em nossa pesquisa não utilizamos previamente HCl e CaCl, entretanto verificamos uma perda da rugosidade das amostras Bio-CaP Epikut e Unitite após a imersão em SS, apenas a amostra Bio-CaP Strong teve um aumento gradativo da rugosidade até o revestimento com fosfato de cálcio, no nosso estudo as amostras ficaram imersas por um período maior. GOULART *et al.*, 2019 realizaram a deposição de fosfato de cálcio por método biomimético em amostra de Ti-Nb micro e macroporosas e verificaram uma redução de rugosidade após o tratamento químico e térmico, porém a formação do revestimento foi homogênea para ambas as amostras.

6.5 DRX (GIXRD)

A AH tem uma estrutura cristalina hexagonal, os maiores picos de HA nos implantes Bio-CaP foi 31,774 ficha 00-009-0432 e 31,027 na ficha 00-009 0169, os mesmos encontrados por BALTATU *et al.*, 2021 e KRELLER *et al.*, 2021.

Em todas as nossas análises de difração de Raio X observamos os três principais picos de titânio assim como APARICIO *et al.*, 2007.

6.6 Dureza/microdureza/inserção do implante Bio-CaP

FRIBERG *et al.*, 1999, permitiu relacionar o nível de densidade do osso com o valor do torque de inserção aplicado, obtendo baixa densidade para torque de inserção inferior a 30Ncm, média densidade para torque entre 30 e 40 N e alta densidade óssea para torques superiores a 40 N, em nossa pesquisa utilizamos costelas bovinas que assim como o osso humano possui diversas densidades em um mesmo indivíduo. Somente 1 de 9 implantes ficou com torque de 30 N enquanto a maioria ficou com torque superior a 45 N.

O osso apresenta propriedades elásticas e plásticas que permitem desempenhar diversas funções como proteção, formação e sustentação. As propriedades mecânicas são conferidas pela matriz colágena mineralizada do tecido ósseo, podendo este ser trabeculado ou denso (cortical). Essa constituição permite que o osso absorva tensões geradas por forças incidentes, por meio de deformação elástica, adaptando se as alterações mecânicas do meio, quando a força incidente excede a força temos uma deformação plástica. O desempenho biomecânico do osso depende de fatores intrínsecos relacionados à matriz óssea, como a qualidade da porção orgânica e do conteúdo inorgânico (EMI, 2014); (BICUDO, 2015). As

classificações ósseas normalmente são baseadas na caracterização da morfologia transversal trabecular e na espessura do osso cortical. Entretanto não existe um consenso de um único sistema que classifique a qualidade óssea. A classificação utilizada por LEKHOLM & ZARB é muito parecida com a classificação utilizada por Misch e particulariza a qualidade óssea em quatro grupos de acordo com o grau de corticalização e morfologia óssea trabecular. (LEKHOLM *et al.*, 1985). Algumas características dos implantes dentários como comprimento, diâmetro, macro e microgeometria afetam a quantidade de tensão e deformação que ocorre na região peri-implantar, contribuindo significativamente para que ocorra a osseointegração. Logo a incompatibilidade entre o módulo de elasticidade do implante dentário e do osso pode levar a um fenômeno conhecido como “stress shielding”, que está relacionado com a reabsorção peri-implantar. Sendo assim, quanto mais próximo for o módulo de elasticidade do implante e do tecido ósseo, melhor será a distribuição da tensão no osso. O desenvolvimento de implantes porosos diminui o módulo de elasticidade do implante e aumenta a área para o crescimento ósseo. O módulo de elasticidade do Ti-6Al-4V é 104,1, o osso trabecular 7,95 e o osso cortical 15,85 GPa (KHAHOEM, *et al.*, 2023). Os implantes Bio-CaP foram inseridos em osso bovino com uma alta densidade óssea, uma baixa densidade teria uma resposta bem diferente sobre o Bio-CaP, uma análise de nanoindentação no revestimento de fosfato de cálcio não foi feita devido ao tempo curto do estudo.

REIS *et al.* (2012) avaliaram previamente e posteriormente 4 tipos de implantes dentários ($n=8$), com macrogeometrias e tratamento de superfície diferentes, a ensaio de tração em osso sintético. Foram feitas caracterizações no MEV e EDS sob aumento de 35X. Os implantes não sofreram alterações superficiais significativas que pudessem ser verificados pelo MEV.

O tratamento biomimético promove modificação em micro e nanoescala, favorecendo a criação de micro ou nanotopografias com características acuradas como biocompatibilidade, bioatividade, osteocondução e resistência a corrosão (RIBEIRO *et al.*, 2021). A utilização de costelas de osso bovino apresentou uma alta densidade de forma heterogênea assim como a densidade óssea humana, ou seja, em um mesmo indivíduo encontramos diferenças de densidades com o tempo, doenças. O Torque de inserção dos implantes foram altos devido à alta densidade óssea encontrada nos CPs, os implantes biomiméticos foram submetidos a forças de compressão e cisalhamento muito altas, fato este que pode ter deformado ou arrastado a camada de Bio-CaP. Os revestimentos de Bio-CaP dos implantes com geometrias distintas a partir de uma solução simplificada, tiveram um resultado satisfatório. Entretanto, outras análises necessitam ser realizadas e correlacionadas para que este projeto possa ser utilizado em ensaios in vivo.

7. CONCLUSÃO

O uso da SS produziu com sucesso o revestimento de fosfato de cálcio nos implantes com diferentes macrogeometrias de uma maneira homogênea.

Com base no que foi apresentado previamente e posteriormente através das caracterizações, os implantes Bio-CaP tiveram um ótimo desempenho mecânico mesmo quando inserido em osso com alta densidade.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Abdulghafor MA, Mahmood MK, Tassery H, Tardivo D, Falguiere A, & Lan R (2023). Biomimetic coatings in implant dentistry: A quick update. *Journal of Functional Biomaterials*, 15(1), 15.

Abraham CM (2014). A brief historical perspective on dental implants, their surface coatings and treatments. *The open dentistry journal*, 8, 50–55.

Albrektsson T, Brånemark PI, Hansson HA, & Lindström J (1981). Osseointegrated titanium implants: requirements for ensuring a long-lasting, direct bone-to-implant anchorage in man. *Acta Orthopaedica Scandinavica*, 52(2), 155-170.

Albrektsson T, Chrcanovic B, Jacobsson M, & Wennerberg A (2017). Osseointegration of implants: a biological and clinical overview. *JSM Dental Surgery*, 2(3), 1–6.

Albrektsson T, & Wennerberg A (2019). On osseointegration in relation to implant surfaces. *Clinical implant dentistry and related research*, 21, 4-7.

Almeida D, Sartoretto SC, Calasans-Maia JDA, Ghiraldini B, Bezerra FJB, Granjeiro JM, & Calasans-Maia MD (2023). In vivo osseointegration evaluation of implants coated with nanostructured hydroxyapatite in low density bone. *Plos one*, 18(2), e0282067.

Andrade MC, 1999, Nucleação e Crescimento de Hidroxiapatita em Titânio. Tese de D.Sc.. COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

Anusavice KJ (2013). *Phillips materiais dentários*. Elsevier Brasil.

Aparicio C, Padrós A, & Gil FJ (2011). In vivo evaluation of micro-rough and bioactive titanium dental implants using histometry and pull-out tests. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 4(8), 1672-1682.

Aparicio C, Manero J M, Conde F, Pegueroles M, Planell JA, Vallet-Regi M, & Gil FJ (2007). Acceleration of apatite nucleation on microrough bioactive titanium for bone-replacing implants. *Journal of Biomedical Materials Research Part A: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials*, 82(3), 521-529.

Baltatu MS, Sandu AV, Nabialek M, Vizureanu, P, & Ciobanu G (2021). Biomimetic deposition of hydroxyapatite layer on titanium alloys. *Micromachines*, 12(12), 1447.

Barrak F, Li S, Muntane A, Bhatia M, Crossthwait K, Jones J (2022). Particle release from dental implants immediately after placement – An ex vivo comparison of different implant systems. *Dental materials*, 38:1004–1014, 2022.

Barrère F (2002). Biomimetic calcium phosphate coatings: physicochemistry and biological activity.

Barbieri M, Mencio F, Papi P, Rosella D, Di Carlo S, Valente T, & Pompa G (2017). Corrosion behavior of dental implants immersed into human saliva: preliminary results of an in vitro study. *Eur Rev Med Pharmacol Sci*, 21(16), 3543-3548.

Bezerra F, Granato R, Lenharo A, Pessoa RS, & Petrilli G (2011). Estudo clínico prospectivo longitudinal não interferencial avaliando implantes com tratamento de superfície e câmara de cicatrização. *Innov. Implant. j., biomater. esthet.(Impr.)*, 21-27

Bicudo PMVB (2015). Comportamento mecânico de implantes dentários. Instituto Superior Técnico.

Branemark PI (1983). Osseointegration and its experimental background. *The Journal of prosthetic dentistry*, 50(3), 399-410.

Brånemark R, Emanuelsson L, Palmquist A, & Thomsen P (2011). Bone response to laser-induced micro-and nano-size titanium surface features. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, 7(2), 220-227.

Chrcanovic BR, Albrektsson T, & Wennerberg A (2017). Bone Quality and Quantity and Dental Implant Failure: A Systematic Review and Meta-analysis. *International Journal of Prosthodontics*, 30(3).

Cruz MB, Silva N, Marques JF, Mata A, Silva FS & Caramês J (2022). Biomimetic implant surfaces and their role in biological integration—a concise review. *Biomimetics*, 7(2), 74.

Coelho PG, Jimbo R, Tovar N & Bonfante EA (2015). Osseointegration: hierarchical designing encompassing the micrometer, micrometer, and nanometer length scales. *Dental Materials*, 31(1), 37-52.

Deppe H, Grünberg C, Thomas M, Sculean A, Benner KU & Bauer FJ (2015). Surface morphology analysis of dental implants following insertion into bone using scanning electron microscopy: A pilot study. *Clinical oral implants research*, 26(11), 1261-1266.

Elias CN & Lopes HP (2007). Materiais dentários: ensaios mecânicos. *São Paulo: Santos*, 266.

Elias CN (2011). Factors affecting the success of dental implants. *Implant dentistry: a rapidly evolving practice. Rijeka: InTech*, 319-64.

Elias CN, Fernandes DJ, Resende CR, & Roestel J (2015). Mechanical properties, surface morphology and stability of a modified commercially pure high strength titanium alloy for dental implants. *Dental Materials*, 31(2), e1-e13.

Ehrenfest DMD, Coelho PG, Kang BS, Sul YT & Albrektsson T. (2010). Classification of osseointegrated implant surfaces: materials, chemistry and topography. *Trends in biotechnology*, 28(4), 198-206.

Emi ETP (2014). Caracterização das propriedades mecânicas de osso irradiado, utilizando ensaios destrutivos e não destrutivos.

Ferreira Martinez E, Ishikawa GJ, Barboza de Lemos A, Barbosa Bezerra FJ, Sperandio M & Henrique Napimoga M (2018). Evaluation of a Titanium Surface Treated with Hydroxyapatite Nanocrystals on Osteoblastic Cell Behavior: An In Vitro Study. *International Journal of Oral & Maxillofacial Implants*, 33(3).

Friberg B, Sennerby L, Meredith N & Lekholm U (1999). A comparison between cutting torque and resonance frequency measurements of maxillary implants: A 20-month clinical study. *International journal of oral and maxillofacial surgery*, 28(4), 297-303.

Gaviria L, Salcido JP, Guda T & Ong JL (2014). Current trends in dental implants. *Journal of the Korean Association of Oral and Maxillofacial Surgeons*, 40(Suppl 2), 50-60.

Geesey GG, Neal AL, Suci PA & Peyton BM (2002). A review of spectroscopic methods for characterizing microbial transformations of minerals. *Journal of Microbiological Methods*, 51(2), 125–139.

Goulart FF, Balestra RM, Ribeiro AA & Way DV (2019). Deposition of calcium phosphate coating in titanium-niobium alloy by biomimetic method. In *Proceedings of the 18. Brazil MRS Meeting 2019*.

Guan H, Van Staden RC, Johnson NW & Loo YC (2011). Dynamic modelling and simulation of dental implant insertion process - A finite element study. *Finite Elements in Analysis and Design*, 47(8), 886-897.

Gehrke SA, Aramburú Júnior J, Pérez-Díaz L, Treichel TLE, Dedavid BA, De Aza PN & Prados-Frutos JC (2019). New implant macrogeometry to improve and accelerate the osseointegration: an in vivo experimental study. *Applied Sciences*, 9(15), 3181.

Gehrke SA, Júnior JA, Treichel TLE & Dedavid BA (2022). Biomechanical and histological evaluation of four different implant macrogeometries in the early osseointegration process: An in vivo animal study. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 125, 104935.

Gehrke SA, Ramírez-Fernandez MP, Granero Marín JM, Barbosa Salles M, Del Fabbro M & Calvo Guirado JL (2018). A comparative evaluation between aluminium and titanium dioxide microparticles for blasting the surface titanium dental implants: an experimental study in rabbits. *Clinical oral implants research*, 29(7), 802-807.

Gontarski TL, Casali RM & Mikowski A (2021). Dureza vickers—definição, normatização e perspectivas de pesquisa: uma revisão. *Brazilian Journal of Development*, 7(2), 15736-15754.

Hryniewicz T, Rokicki R & Rokosz K (2009). Corrosion and surface characterization of titanium biomaterial after magnetoelectropolishing. *Surface and Coatings Technology*, 203(10-11), 1508-1515.

Hudecki A, Kiryczyński G, Łos MJ (2019). Biomaterials, Definition, Overview. In: Hudecki, A.; Kiryczyński, G.; Łos, M. J., Stem Cells and Biomaterials for Regenerative Medicine. Elsevier, 85-98.

Iijima M, Onuma K (2018). Particle-size-dependent octacalcium phosphate overgrowth on β -tricalcium phosphate substrate in calcium phosphate solution. *Ceramics International*, 44 (2), 2146-2157. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.10.167>.

Jimbo R, Coelho PG, Bryington M, Baldassarri M, Tovar N, Currie F & Wennerberg A (2012). Nano hydroxyapatite-coated implants improve bone nanomechanical properties. *Journal of dental research*, 91(12), 1172-1177.

Jimbo R, Tovar N, Marin C, Teixeira HS, Anchieta RB, Silveira LM & Coelho PG (2014). The impact of a modified cutting flute implant design on osseointegration. *International journal of oral and maxillofacial surgery*, 43(7), 883-888.

Kazimierczak P & Przekora A (2020). Osteoconductive and osteoinductive surface modifications of biomaterials for bone regeneration: A concise review. *Coatings*, 10(10), 971.

Khaohoen A, Sornsuwan T, Chaijareenont P, Poovarodom P, Rungsiyakull C & Rungsiyakull P (2023). Biomaterials and clinical application of dental implants in relation to bone density - A narrative review. *Journal of Clinical Medicine*, 12(21), 6924.

Kligman S, Ren Z, Chung CH, Perillo MA, Chang YC, Koo H & Li C (2021). The impact of dental implant surface modifications on osseointegration and biofilm formation. *Journal of clinical medicine*, 10(8), 1641.

Kokubo T (1998). Apatite formation on surfaces of ceramics, metals and polymers in body environment. *Acta materialia*, 46(7), 2519-2527.

Kreller T, Sahm F, Bader R, Boccaccini AR, Jonitz-Heincke A & Detsch R (2021). Biomimetic calcium phosphate coatings for bioactivation of titanium implant surfaces: Methodological approach and in vitro evaluation of biocompatibility. *Materials*, 14(13), 3516.

Lekholm U, Zarb GA, Albrektsson T (1985). "Patient selection and preparation. Tissue integrated prostheses." Chicago: Quintessence Publishing Co. Inc. 199-209.

Li M, Wu G, Wang M, Hunziker EB & Liu Y (2022). Crystalline biomimetic calcium phosphate coating on mini-pin implants to accelerate osseointegration and extend drug release duration for an orthodontic application. *Nanomaterials*, 12(14), 2439.

Mello-Machado RC, Sartoretto SC, Granjeiro JM, Calasans-Maia JDA, de Uzeda MJ PG, Mourão CFDAB & Calasans-Maia MD (2021). Osseodensification enables bone healing chambers with improved low-density bone site primary stability: An in vivo study. *Scientific Reports*, 11(1), 15436.

Mints D, Elias C, Funkenbusch P & Meirelles L (2014). Integrity of implant surface modifications after insertion. *International Journal of Oral & Maxillofacial Implants*, 29(1).

Misch C (2011). *Implantes dentais contemporâneos*. Elsevier Brasil.

Nattrodt AK, Elias CN, Rocha AML, Nascimento LRX, Monteiro RH (2023). Implantes de titânio osseointegráveis com superfícies biomiméticas. In: Elias CN, Nattrodt AK,

Monteiro RH, de Souza BM (Ed.). Propriedades e Aplicações dos Biomateriais. [S.l.]: EVEN3, Recife- PE, Brasil, 42-48.

Nicolas-Silvente AI, Velasco-Ortega E, Ortiz-Garcia I, Monsalve-Guil L, Gil J & Jimenez-Guerra A (2020). Influence of the titanium implant surface treatment on the surface roughness and chemical composition. *Materials*, 13(2), 314.

Ottria L, Lauritano D, Andreasi Bassi M, Palmieri A, Candotto V, Tagliabue A & Tettamanti L (2018). Mechanical, chemical and biological aspects of titanium and titanium alloys in implant dentistry. *J. Biol. Regul. Homeost. Agents*, 32(Suppl 1), 81-90.

Rashad A, Sadr-Eshkevari P, Weuster M, Schmitz I, Prochnow N & Maurer P (2013). Material attrition and bone micromorphology after conventional and ultrasonic implant site preparation. *Clinical Oral Implants Research*, 24, 110-114.

Reis ACD, Valente MLDC & Shimano AC (2012). Caracterização microestrutural de implantes odontológicos submetidos a ensaio de tração. *RPG. Revista de Pós-Graduação*, 19(1), 1-08.

Ribeiro AA, Balestra RM, Rocha MN, Peripolli SB, Andrade MC, Pereira LC & Oliveira MV (2013). Dense and porous titanium substrates with a biomimetic calcium phosphate coating. *Applied Surface Science*, 265, 250-256.

Ribeiro KS, Soares FMS, Martins AA, Barbosa DM, Sousa BM, Elias CN (2023). Efeito do tratamento de superfície nas propriedades biológicas dos implantes de titânio. *Elias, Carlos Nelson et al.(Org.). Biomateriais: propriedades e aplicações. 1. ed. Recife: Even3, p. 78-85.*

Ribeiro AA, Silva RSD, Way DV, Alves LDS, Silveira EB, Mendes FMT Oliveira MVD (2021). A chemical patterning approach of dense and porous titanium surfaces by using a combination of concentrated acid and oxidant. *Matéria (Rio de Janeiro)*, 26(02), e12984.

Rocha MND, Ribeiro AA, Andrade MCD, Pereira LC & Oliveira MVD (2011). Study of a biomimetic method for coating titanium substrates.

Salerno M, Itri A, Frezzato M & Rebaudi A (2015). Surface Microstructure of Dental Implants Before and After Insertion: An: In Vitro: Study by Means of Scanning Probe Microscopy. *Implant Dentistry*, 24(3), 248-255.

Scarano A, Piattelli A, Assenza B, Sollazzo V, Lucchese A & Carinci F (2011). Assessment of pain associated with insertion torque of dental implants. A prospective, randomized-controlled study. *International Journal of Immunopathology and Pharmacology*, 24(2_suppl), 65-69.

Senna P, Antoninha Del Bel Cury A, Kates S & Meirelles L (2015). Surface damage on dental implants with release of loose particles after insertion into bone. *Clinical implant dentistry and related research*, 17(4), 681-692.

Silva GAF, Faot F, da Rosa Possebon AP, da Silva WJ & Cury AADB (2021). Effect of macrogeometry and bone type on insertion torque, primary stability, surface topography damage and titanium release of dental implants during surgical insertion into artificial bone. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 119, 104515.

Smeets R, Stadlinger B, Schwarz F, Beck-Broichsitter B, Jung O, Precht C & Ebker T (2016). Impact of dental implant surface modifications on osseointegration. *BioMed Research International*.

Souza JC, Apaza-Bedoya K, Benfatti CA, Silva FS & Henriques B (2020). A comprehensive review on the corrosion pathways of titanium dental implants and their biological adverse effects. *Metals*, 10(9), 1272.

Yeo ISL (2019). Modifications of dental implant surfaces at the micro-and nano-level for enhanced osseointegration. *Materials*, 13(1), 89.

Wu S, Liu X, Hu T, Chu PK, Ho JPY, Chan YL & Luk KDK (2008). A biomimetic hierarchical scaffold: natural growth of nanotitanates on three-dimensional microporous Ti-based metals. *Nano Letters*, 8(11), 3803-3808.

sin2022.s3.us-west-

2.amazonaws.com/2022%2F12%2FCatalogo_StrongSW_PTBR_01-2024_Web.pdf,

acessado em 30/06/2024

2022/11/Catalogo_Epikut_PTBR_01_2024_WEB.pdf (sin2022.s3.us-west-

2.amazonaws.com), acessado em 30/06/2024

ANEXOS:

Anexo 1 – Aprovação do Comitê de Ética



CEUA
COMISSÃO DE ÉTICA NO
USO DE ANIMAIS

Rio de Janeiro, 29 de junho de 2023

DECLARAÇÃO DE APROVAÇÃO

Declaramos para os devidos fins que foi APROVADO o protocolo de número 059/2023 intitulado **"AVALIAÇÃO DE DIFERENTES SUPERFÍCIES BIOFUNCIONALIZANTES APÓS INSTALAÇÃO ÓSSEA – ANÁLISE DE LIBERAÇÃO DE PARTÍCULAS E DE ALTERAÇÕES DE SUPERFÍCIE METÁLICA E ÓSSEA"**, encaminhado pelo Prof. Fabiano Luiz Heggendorf, do Curso de Pós-Graduação em Odontologia (PPGO) da Universidade do Grande Rio (UNIGRANRIO). Informamos que este parecer foi emitido em reunião ordinária da CEUA | UNIGRANRIO realizada no dia 26 de junho de 2023, após avaliação do plenário da referida Comissão.

Vigência: 06/2023 a 12/2023

Atividade: Avaliar as alterações nas superfícies metálicas modificadas de implantes dentários causados pela instalação em superfícies ósseas de modelos animais ex-vivo e investigar a liberação de partículas metálicas e/ou dos produtos da modificação de superfície na interface óssea do leito ósseo frezado.

Número SISBIO: Não se aplica

Grupo animal: *Bovis bovis* (bovino)



Sergian Vianna Cardozo
Coordenador CEUA | UNIGRANRIO



Prof. Sergian V. Cardozo
Coordenador
Comissão de Ética no Uso de Animais
UNIGRANRIO




Anexo 2 – MICRORRUGOSIDADE

EPIKUT PLUS	Ra	RQ	RZ
ISTT - Controle	2.2064 μm	3.1885 μm	14.8854 μm
TQT	1.8525 μm	2.1447 μm	8.2196 μm
HAnano [®]	703.8151 nm (0.7038151 μm)	918.8927 nm (0.9188927 μm)	4.3990 μm
Bio-CaP	728.5556 nm (0.7285556 μm)	947.5384 nm (0.9475384 μm)	4.8468 μm
STRONG SW PLUS	Ra	RQ	RZ
ISTT - Controle	704.9852 nm (0.7049852 μm)	932.4183 nm (0.9324183 μm)	4.2575 μm
TQT	900.3399 nm (0.9003399 μm)	1.2113 μm	6.3978 μm
HAnano [®]	2.4444 μm	3.5351 μm	17.0237 μm
Bio-CaP	1.2905 μm	1.7544 μm	10.8777 μm
UNITITE PRIME	Ra	RQ	RZ
ISTT - Controle	725.9623 nm (0.7259623 μm)	923.0528 nm (0.9230528 μm)	4.3156 μm
TQT	2.4926 μm	3.2508 μm	13.1856 μm
HAnano [®]	1.9228 μm	2.7152 μm	13.4048 μm
Bio-CaP	862.3732 nm (0.8623732 μm)	1.1570 μm	7.6065 μm