



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”**  
Campus de São José dos Campos  
Instituto de Ciência e Tecnologia

**ARIANNE VALLIM PINTO COELHO**

**EFEITO DA APLICAÇÃO DE FILMES DE CARBONO TIPO  
DIAMANTE POR PLASMA NO DESTORQUE DE PILARES  
DE IMPLANTES COM CONEXÕES CÔNICAS INTERNAS**

2014

**ARIANNE VALLIM PINTO COELHO**

**EFEITO DA APLICAÇÃO DE FILMES DE CARBONO TIPO DIAMANTE  
POR PLASMA NO DESTORQUE DE PILARES DE IMPLANTES COM  
CONEXÕES CÔNICAS INTERNAS**

Dissertação apresentada ao Curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Adj. Lafayette Nogueira Junior

Co-orientador: Prof. Dr. Argemiro Soares da Silva Sobrinho

São José dos Campos

2014

## **BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Adjunto Lafayette Nogueira Júnior** (Orientador)

Instituto de Ciência e Tecnologia  
UNESP – Univ Estadual Paulista  
Campus de São José dos Campos

**Prof. Dr. Tarcisio José de Arruda Paes Junior**

Instituto de Ciência e Tecnologia  
UNESP – Univ Estadual Paulista  
Campus de São José dos Campos

**Prof. Dr. Paulo Abdalla Saad**

São José dos Campos, 29 de maio de 2014.

## DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho ao meu amigo, companheiro e eterno amor, **Marcelo Gallo Oliani**, que esteve sempre ao meu lado ao longo deste período de alegrias, tristezas, certezas e incertezas, me apoiando com muita paciência, carinho e amor. Te amo!*

## **AGRADECIMENTOS**

*A Deus!*

*Aos meus pais, Mayra e Lourenço e à Ana Maria, por me apoiarem em todas as minhas decisões e sempre estarem ao meu lado passando seus ensinamentos e experiências com muito amor e carinho! Amo vocês!*

*Aos meus irmãos, Roberto e Fernando. Vocês são uma parte muito importante de mim e tendo vocês junto comigo a vida fica mais alegre e suave! Amo vocês!*

*Aos meus cunhados, Patrícia, Wilson, Rodrigo, Kátia, Maíra, Luciana e aos meus sogros João e Gislene (in memoriam) por toda a força, incentivo, energia, carinho e compreensão em todos os momentos, especialmente durante este período do Mestrado!*

*Ao meu orientador, Prof. Lafayette Nogueira Junior, por sempre confiar em mim e por conduzir esta orientação de forma serena e objetiva desde o início.*

*Ao meu coorientador Prof. Argemiro Soares da Silva Sobrinho e ao Prof. Marcos Massi, por toda a contribuição a este trabalho na área da Física e deposição de Plasmas.*

*À Univ Estadual Paulista – UNESP, ao Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos e ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, por me receberem e proporcionarem todas as*

*condições para que este mestrado, assim como este trabalho, fosse realizado e concluído com excelência.*

*A todos os docentes desta instituição, que de forma direta ou indireta, contribuíram para minha formação acadêmica.*

*À Profa. Márcia Carneiro Valera, coordenadora do programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora por toda a dedicação dispensada para o programa.*

*Ao Prof. Marco Antônio Bottino, coordenador da Especialidade de Prótese Dentária deste programa de Pós-Graduação, pela sua exaustiva dedicação ao curso e aos seus alunos.*

*Ao Prof. Ivan Balducci, por toda ajuda na elaboração das análises estatísticas e cafezinhos regados a um bom papo!*

*Ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA, onde sempre fui bem recebida e onde foi realizado grande parte deste trabalho.*

*Ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE e à Universidade do Vale do Paraíba – UNIVAP, onde foram realizadas as análises dos filmes.*

*À CAPES, pela concessão de bolsa de estudos durante o primeiro ano do Mestrado.*

*À Titaniumfix e ao Sr. Sidival Dias pela doação de todos os implantes, componentes e usinagens necessárias para realização deste trabalho.*

*Ao Leandro Lameirão Ferreira, que esteve ao meu lado trabalhando durante toda a fase de deposição dos filmes e caracterizações. Por toda a*

*paciência e amizade dispensada durante os finais de semana dentro do laboratório sem nunca reclamar. Por todo o ensinamento que me passou, muitas vezes sem nem perceber. Muito obrigada!*

*À Polyana Alves Radi, pela realização das análises tribológicas.*

*A todos os funcionários da Seção Técnica de Pós-Graduação, por estarem sempre de prontidão para nos ajudar.*

*Aos funcionários do Laboratório de Materiais Odontológicos e Prótese, Thais Cachuté Paradella e Marcos Vestalli, por estarem sempre dispostos a me ajudar e por toda dedicação à este laboratório e às pessoas que o frequentam diariamente.*

*As minhas queridas amigas de mestrado, e agora, da vida, Elen Guerra e Lígia Tiaki Yamamoto. Estivemos juntas desde o início e, mesmo agora que estamos finalizando esta etapa de nossas vidas, cada uma a seu tempo, continuamos juntas, nos apoiando e confortando em todos os momentos. A amizade de vocês foi muito importante pra mim durante este Mestrado e, se estou concluindo mais esta etapa, vocês contribuíram muito para isto! Muito, muito obrigada!*

*Aos colegas de orientação, Mayra, Laura, Alecsandro e Viviane, por toda troca de experiências e conhecimento ao longo destes dois anos, além de toda ajuda incondicional!*

*A todos os colegas da Pós-Graduação!*

*Aos demais funcionários do Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, por sempre nos atender de forma educada e solícita.*

*Aos amigos Ana Paula Nocentini Semensato e Eduardo Nakamura, por suprirem minhas ausências, por me apoiarem e incentivarem.*

*A todos os amigos, colegas e familiares, que direta ou indiretamente, contribuíram para a conclusão desta etapa!*

*Por último, mas não menos importante, ao Marcelo Gallo Oliani, namorado, noivo, marido e pai maravilhoso! Obrigada por estar ao meu lado! Obrigada por sempre me apoiar! Obrigada por toda ajuda! Obrigada pela paciência! Obrigada por todo amor! Obrigada por ser você! Te amo!*



## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS</b> .....	11
<b>LISTA DE QUADROS E TABELAS</b> .....	18
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS</b> .....	20
<b>RESUMO</b> .....	22
<b>ABSTRACT</b> .....	23
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	25
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	27
<b>2.1 Biomecânica aplicada aos implantes dentários</b> .....	27
<b>2.2 Mecanismo de funcionamento dos parafusos e pré-carga</b> .....	28
<b>2.3 Conexões internas cônicas</b> .....	31
<b>2.4 Carbono e Filmes finos de Carbono tipo Diamante (DLC)</b> .....	38
<b>2.5 Técnicas de deposição dos nanofilmes</b> .....	40
<b>2.6 Incorporação de nanopartículas de Ag e seu efeito bactericida</b> .....	43
<b>2.7 Uso do DLC na implantodontia</b> .....	45
<b>3 PROPOSIÇÃO</b> .....	49
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	50
<b>4.1 Materiais</b> .....	50
<b>4.2 Métodos</b> .....	51
4.2.1 Etapa 1 .....	51
4.2.1.1 Deposição dos filmes .....	51
4.2.1.2 Limpeza do substrato .....	52
4.2.1.3 Preparo do substrato .....	53
4.2.1.4 Técnica para obtenção e aplicação dos filmes DLC e AgDLC .	54
4.2.1.5 Análises tribológicas dos filmes .....	55
4.2.1.5.1 Teste de esclerometria .....	56

4.2.1.5.2 Coeficiente de atrito .....	57
4.2.1.6 Caracterização dos filmes de DLC e AgDLC .....	58
4.2.1.6.1 Medida da rugosidade dos filmes de DLC e AgDLC por perfilometria óptica (Ra) .....	58
4.2.1.6.2 Medida da espessura dos filmes de DLC e AgDLC por perfilometria .....	60
4.2.1.6.3 Análise dos filmes de DLC e AgDLC por espectroscopia de espalhamento Raman .....	61
4.2.2 Etapa 2 .....	62
4.2.2.1 Deposição dos filmes .....	63
4.2.2.2 Posicionamento dos pilares no interior do reator .....	64
4.2.2.3 Confecção dos dispositivos de carregamento hemisférico .....	65
4.2.2.4 Confecção dos blocos de poliuretano .....	68
4.2.2.5 Instalação dos implantes .....	70
4.2.2.6 Fixação das amostras e aplicação de carga (Ciclagem Mecânica) .....	72
4.2.3 Etapa 3 .....	72
4.2.3.1 Análise Morfológica da adaptação dos pilares .....	72
4.3.4 Análises estatísticas .....	73
<b>5 RESULTADOS</b> .....	75
<b>5.1 Etapa 1</b> .....	75
5.1.1 Teste de esclerometria .....	75
5.1.2 Coeficiente de atrito .....	78
5.1.3 Medida da rugosidade (Ra) dos filmes de DLC por perfilometria óptica .....	78
5.1.4 Análise dos filmes de DLC por espectroscopia de espalhamento Raman .....	80
5.1.5 Medida da espessura dos filmes de DLC por perfilometria .....	81
5.1.6 EDS .....	82
5.2 Etapa 2 .....	84
5.2.1 Torque reverso .....	84

5.2.1.1 Torque reverso – Comparação entre tratamentos (GC x DLC x AgDLC) .....	85
5.2.1.2 Torque reverso – Comparação entre conicidades (8° x 11°) .....	86
<b>5.3 Etapa 3</b> .....	90
5.3.1 Análise Morfológica da adaptação dos pilares em MEV .....	90
5.3.1.1 MEV da área dos cones - Grupos não ciclados .....	91
5.3.1.2 MEV da área dos cones - Grupos ciclados .....	94
5.3.1.3 MEV da área das roscas - Grupos não ciclados x ciclados .....	96
5.3.1.4 MEV da área do cone e roscas – Filme .....	99
<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	100
<b>7 CONCLUSÕES</b> .....	108
<b>8 REFERÊNCIAS</b> .....	109
<b>APÊNDICES</b> .....	121

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Analogia da ligação aparafusada – $k_b$ representa a força de tração do parafuso que tende a manter as duas partes unidas; $k_j$ representa a força de separação das conexão (Calister, 2007) .....	29
Figura 2 – Diagrama de fases ternário: tipos de carbono amorfo em relação à concentração de ligações $sp^2$ e $sp^3$ e teor de hidrogênio (Robertson, 2002) .....	39
Figura 3 – Amostras de titânio no interior da cuba ultrassônica .....	52
Figura 4 – A) Porta-amostras no interior do reator (aberto) com dois discos, duas placas e dois silícios, antes do processo de deposição (a seta indica o termopar acoplado ao porta-amostras); B) Vista através da janela do reator do porta-amostras durante o processo de deposição, em plasma de argônio .....	53
Figura 5 – A) reator para deposição dos filmes de DLC pela técnica de PECVD; B) fonte de DC pulsátil acoplada ao reator .....	54
Figura 6 – A) Imagem do tribômetro; B) temperatura e umidade do ambiente no momento do teste .....	56
Figura 7 – Teste de esclerometria sendo realizado sobre substrato de Ti CP com recobrimento de filme de AgDLC .....	57

Figura 8 – Teste de coeficiente de atrito sendo realizado sobre substrato de Ti CP com recobrimento de filme de AgDLC .....	58
Figura 9 – Imagem do Perfilômetro óptico utilizado para realização das análises de rugosidade .....	59
Figura 10 – A) Perfilometria óptica sendo realizada sobre o substrato; B) imagem exibida no monitor do perfilômetro durante a análise .....	59
Figura 11 – Perfilômetro utilizado para medir a espessura dos filmes de DLC.....	60
Figura 12 – Equipamento usado para a análise de espectroscopia de retroespalhamento Raman .....	61
Figura 13 – Espectro Raman típico de um filme de carbono amorfo hidrogenado obtido por PECVD em plasma de metano (Bonetti, 2008) .....	62
Figura 14 – Imagem gráfica dos implantes e pilares utilizados. A) Implante de conexão interna cônica de 8° (c-fix, Titaniumfix, Brasil) e seu respectivo pilar de corpo único (Pilar Sólido, Titaniumfix, Brasil); B) Implante de conexão interna cônica de 11° (b-fix, Titaniumfix, Brasil) e seu respectivo pilar de corpo único (Pilar Direto, Titaniumfix, Brasil) .....	63
Figura 15 – A) Porta amostras metálico com os pilares antes da aplicação dos filmes; B) Porta amostras metálico com os pilares após a aplicação dos filmes .....	64

Figura 16 – A) Imagem do dispositivo de carregamento hemisférico; B) Imagem da montagem do dispositivo de carregamento conforme especificações da norma ISO 14801:2007 .....	65
Figura 17 – Desenho esquemático das condições e dispositivos para ciclagem mecânica: 1: célula de carga; 2: nível ósseo nominal; 3: pilar protético; 4: dispositivo de carregamento hemisférico; 5: corpo do implante; 6: bloco de fixação; F: força aplicada; C) centro da carga; $\gamma$ : braço do momento; l: distância do centro da carga .....	66
Figura 18 - A) tubo de polivinil posicionado sobre esquadro metálico de 30°; B) tubo de polivinil posicionado perpendicularmente à serra policorte para corte .....	67
Figura 19 – A) esquema do bloco de poliuretano posicionado no interior da matriz metálica; B) esquema da nova posição do bloco de poliuretano permitindo a perfuração de forma perpendicular à face de 30° .....	67
Figura 20 – Realização das perfurações do bloco de poliuretano posicionado no interior da matriz metálica fixada à base da furadeira de bancada .....	68
Figura 21 – A) Implante sendo instalado com torquímetro manual; B) Confirmação da altura da instalação com paquímetro digital .....	68
Figura 22 – A) Visor digital do paquímetro indicando a medida de 3 mm para instalação dos implantes; B) Porção do torquímetro utilizada para aferição da medida de 3 mm (seta) .....	69

Figura 23 – A) Torquímetro digital utilizado; B) Instalação dos pilares com torquímetro manual; C) Aplicação do torque de aperto com torquímetro digital .....	69
Figura 24 – A) Conjunto fixado ao dispositivo rígido de fixação da cicladora mecânica; B) Esquema de montagem da amostra na cicladora conforme a norma ISO 14801 .....	70
Figura 25 – A) Simulador de Fadiga Mecânica (Erios) utilizada; B) Conjuntos fixados ao dispositivo rígido de fixação da cicladora mecânica .....	71
Figura 26 – Implantes de conicidade de 11° (abaixo) e de 8° (acima) após corte e polimento com lixas d`água .....	73
Figura 27 – Gráfico do teste de Esclerometria do filme DLC. A linha rosa refere-se ao coeficiente de atrito em função do tempo e da carga aplicada (linha preta). A imagem acima do gráfico refere-se ao risco, propriamente dito, durante toda a duração do teste .....	75
Figura 28 – Gráfico do teste de Esclerometria do filme AgDLC. A linha rosa refere-se ao coeficiente de atrito em função do tempo e da carga aplicada (linha preta). A imagem acima do gráfico refere-se ao risco, propriamente dito, durante toda a duração do teste. A seta indica o momento em que ocorre o arrancamento do filme .....	77
Figura 29 – Imagem gerada durante o teste de Esclerometria mostrando o filme aderido durante toda a trilha. A setas indicam: A) 1ª trinca; B) 1ª delaminação; C) áreas de saturação em formato de concha; D) final do teste .....	78

Figura 30 – Gráfico das relações entre os coeficientes de atrito do titânio (preto), DLC (vermelho) e AgDLC (azul) .....	79
Figura 31 – Imagem 3D da topografia de superfície em perfilometria óptica: A) do substrato; B) do filme de DLC; C) do filme de AgDLC ....	81
Figura 32 – Espectros Raman do filme de DLC e do filme de AgDLC. Pode-se notar a diferença entre as bandas G, indicando que a incorporação de prata alterou a microestrutura do AgDLC .....	82
Figura 33 – Perfis da superfície de silício: A) com filme de DLC; B) com filme de AgDLC. À esquerda dos gráficos, o substrato sem filme; à direita, com filme .....	83
Figura 34 - Espectros de microanálise por EDS: A) substrato de Ti CP sem filme; B) filme de DLC; C) filme de AgDLC .....	87
Figura 35 – <i>Boxplot</i> da diferença real (Ncm) dos valores de torque obtidos .....	88
Figura 36 – Gráfico de coluna da média de diferença real (Ncm) dos valores de torque obtidos .....	89
Figura 37 – <i>Boxplot</i> da diferença relativa (%) dos valores de torque obtidos .....	89
Figura 38 – Gráfico de coluna da diferença relativa média (%) dos valores de torque obtidos .....	92



Figura 39 – Imagens das interfaces de união pilar-implante (setas) dos grupos controle tiradas com os detectores *Large Field Detector* (LFD) e *Back-Scattered* (BSED) em aumentos variando de 1000 a 1051x. A) grupo GC-8 (LFD); B) grupo GC-8 (BSED); C) grupo GC-11 (LFD); D) grupo GC-11 (BSED) ..... 92

Figura 40 – Imagens das interfaces de união pilar-implante (setas) dos grupos DLC-8 E DLC-11 em aumentos variando de 140 a 1050x. A) grupo DLC-8 (140x); B) grupo DLC-8 (1000x); C) grupo DLC-11 (240x); D) grupo DLC-11 (1050x) ..... 93

Figura 41 - Imagens das interfaces de união pilar-implante (setas) dos grupos AgDLC-8 e AgDLC-11 tiradas com os detectores *Large Field Detector* (LFD) e *Back-Scattered* (BSED) em aumentos variando de 250 a 1051x. A) grupo AgDLC-8 (250x) (BSED); B) grupo AgDLC-8 (1050x) (BSED); C) grupo AgDLC-11 (250x) (LFD); D) grupo AgDLC-11 (1051x) (LFD) ..... 94

Figura 42 – Imagens das interfaces de união pilar-implante (setas) dos grupos controle ciclados tiradas com os detectores *Large Field Detector* (LFD) e *Back-Scattered* (BSED) em aumentos de 1050x. A) grupo GC-8 (LFD); B) grupo GC-8 (BSED); C) grupo GC-11 (LFD); D) grupo GC-11 (BSED) ..... 95

Figura 43 – Imagens das interfaces de união pilar-implante (setas) dos grupos DLC e AgDLC ciclados tiradas com os detectores *Large Field Detector* (LFD) em aumentos de 1050x. A) grupo DLC-8; B) grupo DLC-11; C) grupo AgDLC-8; D) grupo AgDLC-11..... 96

Figura 44 – Imagens das roscas dos grupos GC-8, DLC-8 e AgDLC-8 não ciclados (NC) e ciclados (C) tiradas com os detectores *Large Field Detector* (LFD) em aumentos de 90x. A) grupo GC-8 (NC) ; B) grupo GC-8 (C); C) grupo DLC-8 (NC); D) grupo DLC-8 (C); E) grupo AgDLC-8 (NC); F) grupo AgDLC-8 (C) ..... 97

Figura 45 – Imagens das roscas dos grupos GC-11, DLC-11 e AgDLC-11 não ciclados (NC) e ciclados (C) tiradas com os detectores *Large Field Detector* (LFD) em aumentos de 90x. A) grupo GC-11 (NC); B) grupo GC-11 (C); C) grupo DLC-11 (NC); D) grupo DLC-11 (C); E) grupo AgDLC-11 (NC); F) grupo AgDLC-11 (C) ..... 98

Figura 46 – Imagens ilustrativas do filme de DLC na área do cone e na área das roscas. A) Filme de AgDLC na área do cone de 11 (250x); B) Filme de AgDLC na área do cone de 11 (1050x); C) Filme de DLC na área das roscas do pilar de 8 (650x); D) Filme de DLC na área das roscas do pilar de 11 (650x) ..... 99

## LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 – Relação e especificação dos implantes, componentes e amostras planas utilizadas .....	50
Quadro 2 – Divisão de grupos em relação ao tipo de conexão e deposição dos filmes .....	63
Tabela 1 – Valores do teste de Esclerometria para os filmes de DLC e AgDLC no momento da primeira trinca ( $LC_1$ ) e no momento da primeira delaminação ( $LC_2$ ) .....	76
Tabela 2 – Valores médios de Ra dos filmes de DLC em substratos planos .....	79
Tabela 3 – Valores médios de Ra dos filmes de DLC, AgDLC e dos substratos realizado diretamente no cone dos pilares .....	80
Tabela 4 – Diferença real (Ncm) entre os torques de instalação e remoção .....	84
Tabela 5 – Diferença relativa (%) entre os torques de instalação e remoção .....	84
Tabela 6 – Teste de comparações múltiplas Dunn-Bonferroni para a conicidade de $8^\circ$ .....	85
Tabela 7 – Teste de comparações múltiplas Dunn-Bonferroni para a conicidade de $11^\circ$ .....	86

Tabela 8 – Resultados do teste de Mann-Whitney (p-valor) para os valores de diferença real (Ncm) .....	87
Tabela 9 – Resultados do teste de Mann-Whitney (p-valor) para os valores de diferença relativa (%) .....	88
Tabela 10 – Teste de Tukey (5%) para a média das diferenças reais (Ncm) .....	90
Tabela 11 – Valores de torque de inserção, torque de remoção, diferença real e diferença relativa .....	121
Tabela 12 – Teste ANOVA 2-fatores para todos os valores .....	123
Tabela 13 – Teste de comparações múltiplas Sidak .....	123
Tabela 14 – Teste Kruskal-Wallis com valores de diferença real (Ncm) para comparação entre tratamentos para conicidade de 8° .....	124
Tabela 15 – Teste Kruskal-Wallis com valores de diferença relativa (%) para comparação entre tratamentos para conicidade de 8° .....	124
Tabela 16 – Teste Kruskal-Wallis com valores de diferença real (Ncm) para comparação entre tratamentos para conicidade de 11° ....	124
Tabela 17 – Teste Kruskal-Wallis com valores de diferença relativa (%) para comparação entre tratamentos para conicidade de 11° .....	125
Tabela 18 – Teste Dunn-Bonferroni para comparação entre conicidades .....	125

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

a-C	= Carbono amorfo
a-C:H	= Carbono amorfo hidrogenado
cm	= Centímetros
CVD	= <i>Chemical Vapour Deposition</i> (Deposição Química a Vapor)
Cof	= Coeficiente de atrito
DLC	= Carbono tipo Diamante
AgDLC	= Carbono tipo Diamante dopado com nanopartículas de Prata
g/L	= Grama por Litro
GPa	= Gigapascal
∅	= Diâmetro
°C	= Graus Celsius
HMDSO	= Hexametildisiloxano
Hz	= Hertz
ITA	= Instituto Tecnológico de Aeronáutica
IP&D	= Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento
INPE	= Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
ISO	= <i>International Standardization Organization</i>
KHz	= Quilohertz
LAS	= Laboratórios Associados de Sensores
min	= Minuto
mm	= Milímetro
mm/s	= milímetros por segundo
MPa	= Megapascal
n	= Número de amostras por grupo
N	= Newton
Ncm	= Newton centímetro

Nm = Nanometro

$\mu\text{m}$  = Micrometro

PECVD = *Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition* (Deposição Química a Vapor Assistida por Plasma)

PVD = *Physical Vapour Deposition* (Deposição Física a Vapor)

s = segundos

sccm = *Standard cubic centimeters per minute* (centímetros cúbicos por minuto)

Ti-cp = Titânio comercialmente puro

V = Volts

VTR = Valor de torque reverso

W = Watts

Coelho A V P. Efeito da aplicação de filmes de carbono tipo diamante por plasma no destorque de pilares de implantes com conexões cônicas internas [dissertação]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2014.

## RESUMO

O estudo avaliou o efeito da aplicação de dois filmes de Carbono tipo Diamante por plasma no torque reverso dos pilares protéticos submetidos à ciclagem mecânica e analisou a adaptação do pilar e de suas roscas em relação ao implante, bem como a deformação gerada nas roscas dos pilares e nas roscas internas dos implantes. Para tal, foram utilizados 60 conjuntos de implantes de conexão cônica interna (CCI) de 11° e 8° e pilares de corpo único de titânio que foram divididos em seis grupos (n=10): GC-8 (controle) – CCI 8° sem tratamento; DLC-8 – CCI 8° com aplicação de filme de carbono tipo diamante (DLC); AgDLC-8 – CCI 8° com aplicação de filme de carbono tipo diamante dopado com nano partículas de prata (AgDLC); GC-11 (controle) – CCI 11° sem tratamento; DLC-11 – CCI 11° com aplicação de filme de carbono tipo diamante (DLC); AgDLC-11 – CCI 11° com aplicação de filme de carbono tipo diamante dopado com nano partículas de prata (AgDLC). Os filmes foram depositados por meio do processo de Deposição Química a Vapor Assistida por Plasma (PECVD). Os pilares receberam o aperto controlado por um dispositivo de controle de torque digital seguindo as recomendações do fabricante. O teste de fadiga foi conduzido seguindo os parâmetros especificados na norma ISO 14801 com uma carga de 120 Ncm a 2 Hz por  $2 \times 10^6$  ciclos. Ao final dos ciclos, o valor de destorque dos pilares foi registrado. Análises por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foram realizadas em três amostras de cada grupo, antes e após a ciclagem mecânica, para verificar se a adaptação do pilar (corpo e roscas) ao implante foi afetada pela aplicação dos filmes. A caracterização dos filmes foi realizada por meio de análises Tribológicas, bem como por Espectroscopia Raman e Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS). Todos os grupos mostraram redução nos valores de torque reverso. O grupo DLC-8 foi o único a apresentar ganho nos valores médios de torque reverso.

Palavras-chave: Implantes dentários. Carbono tipo Diamante. Torque reverso.

Coelho A V P. *Diamond-like carbon plasma deposition effect on internal conical connections abutments detorque [dissertation]. São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2014.*

## **ABSTRACT**

*This study evaluated the effect of the plasma deposition of two diamond-like carbon thin films (DLC) on the reverse torque and adaptation of prosthetic abutments after mechanical cycling. Sixty sets of 11° e 8° taper connection implants (TCI) and titanium solid abutments were divided in six groups (n=10): GC-8 (control) – 8° TCI with no film deposition; DLC-8 – 8° TCI with DLC deposition; AgDLC-8 – 8° TCI with silver doped DLC (AgDLC); GC-11 (control) – 11° TCI with no film deposition; DLC-11 – 11° TCI with DLC deposition; AgDLC-11 – 11° TCI with silver doped DLC (AgDLC); The films were deposited by Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition (PECVD) process. The abutments were tightened with a controlled torque meter device following the manufacturer's recommendations. Mechanical cycling was carried out with a load of 120 Ncm during  $2 \times 10^6$  cycles with a frequency of 2 Hz (ISO 14801). Afterwards, detorque was measured. Analyses with Scanning Electron Microscopy (SEM) were conducted on three samples of each group before and after mechanical cycling in order to verify the adaptation of the abutments (body and threads). Tribology analyses, as well as Raman Spectroscopy and Energy-Dispersive X-rays Spectroscopy (SDS) analyses were performed for characterization of the different surface treatments. All groups demonstrated reduction of reverse torque values. DLC-8 was the only group that showed an increase on the average reverse torque values.*

*Keywords: Dental implants. Diamond-like Carbon. Reverse torque.*



## 1 INTRODUÇÃO

O titânio e suas ligas vêm sendo largamente utilizados na odontologia protética e implantodôntica por se tratar de um material biocompatível e que apresenta excelentes propriedades mecânicas e anticorrosivas. Apesar destas características ligadas ao material, os implantes estão sujeitos a complicações e falhas (Scarano et al., 2007; Manda et al., 2009) tanto de ordem biológica como resultado de complicações técnicas e mecânicas, sendo estas as mais frequentes (Nergiz et al., 2004).

Estas complicações mecânicas estão geralmente ligadas a parte protética e são causadas por uma sobrecarga biomecânica (Misch, 2006; Mendonca et al., 2009). O afrouxamento ou fratura do parafuso de fixação do pilar protético é a complicação mais frequentemente relatada na literatura (Jemt, 1991a; Jemt et al., 1991b; Naert et al., 1992; Becker, Becker, 1995) sendo que o afrouxamento dos parafusos sempre antecede a sua fratura (Conrad et al., 2008).

O efeito de acomodação, que exerce papel crítico na obtenção e manutenção da pré-carga, resulta do fato das superfícies em contato não serem completamente lisas não permitindo um total contato entre as elas (Burguete et al., 1994; Winkler et al., 2003). Estas micro-rugosidades sofrem desgastes e deformações que levam a perda de contato entre as roscas de acoplamento e consequente perda da pré-carga (Al Jabbari et al., 2008a).

A física define desgaste adesivo como sendo a remoção e deslocamento de material de uma superfície devido ao atrito gerado na área contactante e subsequente cisalhamento de pequenas áreas das duas superfícies que deslizam uma sobre a outra sob pressão. Em

qualquer união parafusada, as consequências negativas do desgaste adesivo são: (1) desengrenamento das roscas; (2) afrouxamento do parafuso; (3) redução da pré-carga; e (4) falha por fadiga (Al Jabbari et al., 2008a).

Somado a isso, complicações referentes ao afrouxamento de parafuso podem estar relacionadas a variações na precisão de usinagem e consistência dos materiais, que afetam as forças de união (pré-carga) gerada por meio da junção pilar/implante (Cashman et al., 2011).

Sistemas que utilizam pilares fixados por meio de parafusos apresentam um “*gap*” na interface pilar-implante (Dibart et al., 2005; Scarano et al., 2005). Este espaço é responsável por permitir a micromovimentação do pilar podendo levar ao afrouxamento e a fraturas além de permitir uma possível microinfiltração e colonização bacteriana em seu interior (Buchmann et al., 2003; Scarano et al., 2005).

As conexões cônicas internas foram desenvolvidas para melhorar as propriedades biomecânicas dos implantes e reduzir a incidência de problemas encontrados nas conexões convencionais (Bozkaya, Muftu, 2003; Bozkaya, Muftu, 2005).

Estudos mostram que grande parte da força de apertamento quando aplicada a um parafuso protético é perdida em razão da fricção entre as microrrugosidades em contato das superfícies do metal, limitando a rotação do parafuso. Sendo assim, a redução do atrito entre as superfícies metálicas poderia aumentar a rotação e, conseqüentemente, a pré-carga (Stuker et al., 2008; Mangano et al., 2009; 2011)

A extensão da fixação depende da rugosidade inicial da superfície, dureza superficial e magnitude das forças de carga. Superfícies ásperas e grandes cargas externas aumentam o efeito de acomodação (Winkler et al., 2003).

Quando duas superfícies metálicas estão em contato, as forças de adesão e fricção limitam os movimentos entre elas. Uma forma de reduzir esta fricção e aprimorar a adesão é interpor um filme lubrificante entre estas duas superfícies. Filmes finos de carbono tipo diamante (*Diamond like Carbon* - DLC) oferecem baixo coeficiente de atrito e alta resistência ao desgaste, funcionando como um lubrificante sólido (Capote et al., 2006a; Stüker et al., 2008). A incorporação de nanopartículas (V, Ti, F, H, Ag) em sua microestrutura tem sido relatada na literatura por poder modificar as biocaracterísticas deste filme (Grill, 2003; Marciano et al., 2009) e a incorporação de partículas de prata pode ser particularmente vantajosa devido a seu conhecido efeito bactericida (Grill, 2003; Marciano et al., 2009).

O estudo do comportamento mecânico de filmes de DLC dopados com nanopartículas de prata, principalmente na área odontológica, se faz necessário uma vez que a literatura é escassa neste campo. Sendo assim, analisar as conexões cônicas internas com aplicação de filmes pode levar a fatores que minimizem as possíveis falências das uniões pilares-implantes.

## **2 REVISÃO DE LITERATURA**

### **2.1 Biomecânica aplicada aos implantes dentários**

Os implantes dentários, após a instalação da prótese, são submetidos a cargas oclusais que podem variar em frequência, duração, intensidade e direção, dependendo dos hábitos funcionais e parafuncionais do indivíduo, desenho da coroa e ajuste oclusal (Misch et al., 2004). A mesma intensidade de força tem diferentes efeitos na interface, dependendo da direção da aplicação da força (Oliveira, 1997).

Uma força aplicada a um implante, dificilmente é direcionada totalmente ao seu longo eixo. Basicamente, existem três eixos de carga na implantodontia: mesiodistal, vestibulolingual e oclusoapical. Um simples contato oclusal pode resultar em força tridimensional (Misch, 2007).

Além disso, existem quatro tipos de força: compressivas, de tração, de cisalhamento e de torção. As compressivas tendem a empurrar os corpos (implante e pilar) entre si mantendo a integridade do conjunto e as de tração tendem a separar os corpos. As forças de cisalhamento, por sua vez, provocam um deslizamento entre os corpos e podem ser consideradas as forças mais prejudiciais ao complexo osso-implante-prótese (Calister, 2007; Misch, 2007).

A oclusão é um determinante primário para estabelecer a direção das cargas (Oliveira, 1997; Misch, 2007). A posição dos contatos oclusais sobre a prótese influi diretamente no tipo e na direção da força

distribuída pelo sistema implante-prótese (Oliveira, 1997; Rosenstiel et al., 2005; Misch, 2006).

O cimento, os parafusos e os componentes da prótese apresentam maior resistência à compressão do que à tração ou ao cisalhamento. Estas cargas podem resultar em fraturas na interface, reabsorção óssea, afrouxamento de parafusos e deslocamento da prótese (Oliveira, 1997).

## **2.2 Mecanismo de funcionamento dos parafusos e pré-carga**

Na engenharia, o parafuso é o elemento de máquina mais frequentemente utilizado podendo ser empregado sob diversas formas. Os parafusos de fixação são aqueles utilizados para juntas desmontáveis. Estes parafusos apresentam algumas desvantagens que devem ser levadas em consideração. Durante o movimento não se pode saber ao certo se o momento de aperto e a pré-carga são mantidas, devendo-se, por isso, utilizar, frequentemente, dispositivos de segurança contra o afrouxamento dos parafusos; outra desvantagem é a concentração de tensões nas roscas dos parafusos (Niemann, 1971).

Na conexão prótese-implante, o parafuso age como uma mola, onde o torque aplicado leva ao engrenamento das roscas e o torque contínuo, após o assentamento dos componentes, leva ao alongamento do parafuso. O parafuso alongado, na tentativa de retornar à sua forma inicial, traciona os componentes, fixando-os (Figura 1). Este mecanismo é conhecido como pré-carga (Cantwell, Hobkirk, 2004; Morrison et al., 2006; Chee, Jivraj, 2007; Guda et al., 2008; Al Jabbari et al., 2008b). A pré-carga depende, inicialmente, do torque aplicado seguido da matéria-

prima, da geometria da cabeça e das roscas do parafuso e da sua rugosidade superficial (McGlumphy et al., 1998; Spazzin et al., 2009).

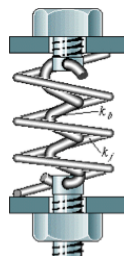


Figura 1 - Analogia da ligação aparafusada –  $k_b$  representa a força de tração do parafuso que tende a manter as duas partes unidas;  $k_f$  representa a força de separação das conexão (Calister, 2007).

A pré-carga do parafuso do pilar, durante o apertamento, gera tensão entre as roscas por meio do seu alongamento. Esta força de tração representa a fixação entre os componentes protéticos e os implantes (Haack et al., 1995).

Ao unir a prótese e o implante, o primeiro aperto do parafuso de fixação gera uma força de tração que incide na haste do parafuso, enquanto que a principal força nas roscas do parafuso é o cisalhamento paralelo às superfícies da rosca e compressão normal a elas. A força de tração é criada pelo estiramento do parafuso durante o aperto, enquanto que as forças de cisalhamento e compressão são criadas pelo íntimo contato entre os flancos das roscas do parafuso de fixação (macho) e os flancos das roscas do implante (fêmea). Neste momento ocorre um desgaste adesivo inicial mediante ao deslizamento das superfícies dos flancos das roscas quando se aplica as forças de apertamento, levando a uma deformação plástica e mais aderência (Al Jabbari et al., 2008b).

A quantidade de compressão e pré-carga é determinada por inúmeras variáveis. Isto inclui o módulo de elasticidade dos materiais usados na confecção do parafuso de fixação e das peças a serem fixadas por ele, o coeficiente de atrito das superfícies deslizantes, adaptação

entre os componentes, sistema de lubrificação, a temperatura do sistema, o torque aplicado e a velocidade de aplicação (Cantwell, Hobkirk, 2004; Guda et al., 2008; Jorn et al., 2014).

Uma vez que a pré-carga é um fator mecânico de extrema importância na prevenção do afrouxamento dos parafusos de fixação do pilar e sua subsequente fratura, a perda desta pré-carga se torna a razão crucial para o afrouxamento da conexão (Steinebrunner et al., 2008; Tsuge, Hagiwara, 2009). Além disso, a incidência de cargas cíclicas sobre o sistema causa uma redução na pré-carga (Khraisat et al., 2002; Zhang et al., 2008) e alguns autores sugerem que a aplicação de torque e pré-carga ideal minimiza o afrouxamento dos parafusos (Burguete et al., 1994; Khraisat et al., 2002; Al Jabbari et al., 2008b). Apesar dos inúmeros estudos *in vitro* realizados com intuito de determinar um valor ideal de pré-carga, a literatura ainda é muito controversa (Al Jabbari et al., 2008b).

Para se obter uma pré-carga ideal, é necessário que o parafuso seja alongado até que atinja mas não exceda seu limite de escoamento (Alkan et al., 2004; Tsuge, Hagiwara, 2009). A pré-carga que induz tensões entre 60% a 75% do limite de escoamento do material de confecção do parafuso pode aumentar a sua resistência à fadiga e, conseqüentemente, proteger a conexão da ação de sobrecargas externas (Niemann, 1971; Haack et al., 1995; McGlumphy et al., 1998; Boggan et al., 1999).

A falha de um sistema parafusado ocorre em dois estágios. O primeiro se inicia quando forças externas, como as da mastigação, agem sobre o sistema. Neste estágio, as roscas do parafuso deslizam sobre as roscas internas do implante e/ou se desgastam, causando a diminuição da altura da rosca e também da pré-carga do parafuso. O segundo estágio acontece quando a diminuição da pré-carga leva à perda de torque nas roscas e, conseqüentemente, à perda do contato direto entre as roscas do parafuso e o implante (Kim BJ et al., 2012).

Dentre os fatores mais importantes causadores dos danos estruturais ao sistema, podemos citar o efeito de cargas cíclicas sobre os pilares. A pré-carga de juntas parafusadas reduz significativamente após a aplicação de ciclagem mecânica (Nakamura, 2005; Butignon et al., 2013). Imagens de microscopia eletrônica de varredura evidenciam alterações estruturais nas superfícies de contato do parafuso e do pilar que podem ser diretamente relacionadas à perda de manutenção da pré-carga de parafusos protéticos (Butignon et al., 2013).

Para prevenir que o parafuso de fixação se afrouxe, as forças de mastigação devem ser menores que a força da pré-carga. Isto porque o parafuso de fixação só se solta se as forças externas que tentam separar as duas partes (pilar e implante) forem maiores que as forças que as mantêm unidas. As forças que tendem a separar as partes são chamadas de *“força de separação da conexão”*. As forças que mantêm as partes unidas são chamadas de *“forças de tração”*. Para que uniões estáveis sejam alcançadas, os parafusos devem ser tencionados para produzir uma força de tração maior que as forças de separação da conexão (Alkan et al., 2004; Coelho et al., 2007).

### **2.3 Conexões internas cônicas**

Em todos os sistemas de implantes, o que determina a integridade mecânica do complexo implante-pilar e rege a estabilidade e a resistência da união é o tipo de conexão (Norton, 2000).

As conexões cônicas internas apresentam uma interface mecanicamente mais estável por meio do sistema de autotravamento. Ao contrário do que ocorre nas conexões hexagonais externas, onde o parafuso de fixação do pilar recebe grande parte da carga mastigatória, o



sistema cônico interno é responsável pela absorção e dissipação destas cargas protegendo as roscas do parafuso de fixação, melhorando a previsibilidade clínica em longo prazo (Sutter et al., 1993; Burguete et al., 1994; Merz et al., 2000; Lavrentiadis et al., 2009; Balik et al., 2012). Quando comparado a sistemas de conexão hexagonal externa, a cônica interna mostra menor estresse na região cervical do implante (Quaresma et al., 2008) e estudos clínicos retrospectivos indicam boa previsibilidade clínica relatando poucos problemas na prótese ao longo dos anos (Cooper et al., 2007; Levine et al., 2007).

O bom comportamento mecânico deste tipo de conexão, frente às cargas mastigatórias, está diretamente relacionado à precisão de encaixe entre o cone do implante e o cone do pilar (Aguirrebeitia et al., 2013).

A falta de adaptação na interface implante-pilar de conexões cônicas internas representa um papel de extrema importância no comportamento mecânico do implante frente às cargas mastigatórias. A origem desta desadaptação está relacionada aos processos de desenvolvimento do produto, onde dois fatores são levados em consideração: o semiângulo do cone do implante e a diferença entre os ângulos das conicidades do implante e do pilar. Estes fatores são determinados por decisões de projeto e tolerâncias de fabricação. A diferença entre as conicidades do implante e do pilar tem grande impacto no comportamento mecânico sendo seu maior efeito na fenda da interface protética e na tensão distribuída ao tecido ósseo (Aguirrebeitia et al., 2013).

Segundo Aguirrebeitia et al. (2013) nas conexões cônicas tipo cone Morse, onde o semiângulo do cone varia de 1 a 3 graus, as forças de arrancamento, podem se tornar grandes por meio de fatores como: força compressiva, semiângulo do cone e dureza das partes em contato. Nos sistemas de conexões cônicas internas, o semiângulo do

cone é maior (9 a 15 graus), associando um bom travamento da conexão e uma força moderada de arrancamento (Aguirrebeitia et al., 2013).

Os pilares disponíveis para confecção das próteses sobre implantes com conexão cônica interna podem ser divididos em duas categorias: pilares de corpo único, que se caracterizam por apresentarem pilar e parafuso em um único corpo sólido; e pilares de parafuso passante, onde o pilar é fixado ao implante por um parafuso que transpassa o corpo. Diferentemente dos pilares de corpo único, a retenção do pilar com parafuso passante depende exclusivamente da pré-carga, gerada pelo torque aplicado ao parafuso do pilar. Nesta situação, quando as cargas oclusais excedem a pré-carga ou geram uma deformação plástica no parafuso, o sistema fica sujeito a complicações clínicas causadas por falhas mecânicas, como o afrouxamento do parafuso (Bozkaya, Muftu, 2003). Já nos componentes de corpo único, o cone, por meio de retenção friccional, gera um atrito no encaixe pilar-implante retendo o sistema e reduzindo a contribuição das roscas na fixação (Schwarz, 2000). Este atrito de encaixe ocorre pela pressão de contato e a resistência friccional das áreas contactantes, fornecendo, assim, uma conexão mais estável (Bozkaya, Muftu, 2003). Em estudo comparando valores de torque reverso, os pilares de corpo único apresentaram valores maiores quando comparados aos pilares com parafuso passante, indicando que o sistema de retenção friccional, predominante em pilares de corpo único, é crucial para a manutenção da pré-carga (Cehreli et al., 2004).

O grau de conicidade da conexão, comprimento/altura contactante do cone, diâmetros interno e externo do implante e do pilar respectivamente, profundidade de inserção, propriedades dos materiais e o coeficiente de atrito são fatores que influenciam diretamente nas forças de arrancamento e de inserção, bem como na distribuição de tensões sobre os componentes do sistema implante-pilar em conexões cônicas (Bozkaya, Muftu, 2003).

O estudo realizado por Sutter et al. (1993) mostrou que o valor de destorque em conexões cônicas foi de 10% a 15% maior que o torque de aperto e que, após uma ciclagem dinâmica de  $2 \times 10^6$  ciclos, houve redução de 50% no valor de destorque em implantes com conexão hexagonal externa. No entanto, nenhuma redução foi verificada nos implantes de conexão cônica.

Norton (1999) investigou a variação do destorque em relação a diferentes parâmetros, como: o torque de aperto (40-500 Ncm), o grau de conicidade ( $8^\circ$  e  $11^\circ$ ), a área de superfície na interface (15,3 e 27,9 mm<sup>2</sup>), a presença de saliva e o tempo de espera para o destorque (10 e 60 minutos). O valor de destorque resultante foi expresso em forma de porcentagem em relação ao torque de aperto e a análise estatística indicou forte correlação entre o destorque e torque de aperto que, nos níveis clinicamente relevantes (de 20 a 40 Ncm), foi de 80% a 85% para todas as amostras e nenhum caso de travamento (solda fria) ocorreu. Para o autor, o grau de conicidade, a presença de saliva e o tempo de espera para o destorque, assim como a área de superfície da interface parecem ter um profundo efeito na eficiência da conexão.

Squier et al. (2002) avaliaram o efeito da anodização de pilares e da redução na área de superfície, no torque de aperto e no destorque e verificou que uma redução de até 31% na área de contato entre as superfícies não teve efeito significativo nos valores de destorque. No entanto, os autores relataram diminuição de 20% nos valores de destorque dos pilares anodizados. Os valores médios de destorque variaram de 79% a 106% do torque de aperto de 35 Ncm.

Ao avaliar o efeito da ciclagem mecânica na perda de torque de pilares protéticos do sistema cônico interno, Coppédê (2007) testou 69 implantes com pilares de corpo sólido e de parafuso passante. As amostras foram submetidas a sucessivos ciclos de inserção/remoção e em seguida levadas ao ensaio de ciclagem mecânica. Os pilares de corpo sólido tiveram menor índice de perda de torque (10,5% para o grupo não

ciclado e 5,4% para o grupo ciclado) enquanto que os grupos com parafuso passante tiveram mais de 30% de perda de torque. Ao analisar os resultados o autor concluiu que, com o aumento nos ciclos de inserção/remoção, houve uma tendência no aumento de perda de torque e que os pilares que foram submetidos à ciclagem mecânica tiveram torques de remoção mais elevados do que os que não foram submetidos a este ensaio.

Ao comparar a ciclagem mecânica de pilares de corpo sólido e de parafuso passante de implantes com conexão cônica interna de 11,5°, submetidos ou não ao ensaio de fadiga mecânica, Wu (2008) verificou aumentos no valor médio de torque de desaperto variando de 10,55% a 18,55% entre os grupos experimentais.

Ricciardi Coppede et al. (2009) investigaram os efeitos de cargas mecânicas e ciclos repetitivos de inserção e remoção na perda de torque dos parafusos de pilares com conexão interna cônica. Um total de 68 amostras de dois tipos de pilares foram utilizadas. As amostras foram divididas em quatro grupos sendo: grupo 1 e 3 receberam pilares sólidos e os grupos 2 e 4 receberam pilares com parafusos passantes. Os grupos 1 e 2 não receberam incidência de carga e faziam parte do grupo controle. Já os grupos 3 e 4 foram submetidos à ciclagem mecânica. Todas as amostras foram apertadas com torque de inserção recomendadas pelo fabricante (20 Ncm para os pilares sólidos e 10 Ncm para os pilares com parafuso passante). O torque de remoção foi aferido 5 minutos após a inserção e aperto dos pilares nos grupos 1 e 2 e após a aplicação da carga para os grupos 3 e 4. Estes procedimentos foram repetidos 10 vezes para cada conjunto. Após a aplicação de carga, o grupo 4 apresentou perda de torque de remoção do parafuso, no entanto, o pilar sofreu um travamento friccional dentro do implante. Desta forma os resultados do grupo 4 foram divididos em dois (4a para os resultados obtidos na remoção do parafuso e 4b para os resultados obtidos na remoção do pilar). Os resultados mostraram que a perda de torque foi

maior para os grupos 4a e 2 (mais de 30%) seguida pelo grupo 1 (10,5%), grupo 3 (5,4%) e grupo 4b (39% de ganho de torque). Os autores concluíram que à medida que os ciclos de inserção e remoção aumentam, o torque de remoção tende a ser menor e que pilares submetidos à ação de cargas apresentam um aumento no torque de remoção quando comparados à pilares que não receberam carga.

Segundo Park et al. (2010), diferentes conicidades internas (8° ou 11°) não tiveram efeito nas médias de torques de remoção e percentual de perda de pré-carga antes e após ensaio de fadiga mecânica. Os autores especularam que desenhos diferentes de parafusos, graus do efeito cunha, desenho da plataforma do implante ou a combinações podem resultar em diferentes cargas compressivas. No entanto, as duas conexões foram eficazes na estabilização da conexão uma vez que não houve diferença estatística significativa entre as duas conicidades na perda de pré-carga após a ciclagem mecânica .

Cashman et al. (2011) em um estudo *in vitro* investigaram o efeito da fadiga mecânica em pilares (Straumann) e em pilares de uma marca similar (Titan Implant Inc.). Para tal, utilizaram o método de Valor de Torque Reverso (VTR) como indicador de pré-carga residual e compararam visualmente o conjunto de pilares após a fadiga com intuito de avaliar a consistência e qualidade do processo de fabricação entre os fabricantes. Os testes foram realizados de acordo com as diretrizes da norma ISO 14801 para fadiga mecânica. Quarenta implantes da marca Straumann (12 mm de comprimento por 4 mm de diâmetro) foram inseridos em resina autopolimerizável a uma inclinação de 30° de forma que os implantes ficassem a 3 mm acima da interface implante-resina. Vinte pilares sólidos de 4 mm de altura e plataforma regular formaram o grupo 1 (controle), enquanto que o grupo 2 consistiu em 20 pilares similares. Os grupos foram aleatoriamente divididos em subgrupos (n=10). A aplicação do torque de assentamento de 35 N foi realizada duas vezes com intervalo de 10 minutos entre elas. Os VTR foram obtidos uma

hora depois, antes da realização da fadiga para determinar um valor base. Os dois grupos foram, então, submetidos à fadiga dinâmica antes da avaliação do VTR com um corpo de carga semiesférico adaptado sobre os pilares. A carga aplicada variou de 10 e 200 N a 15 Hz durante  $5 \times 10^6$  ciclos. Análise por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi realizada para determinar as características da interface do *microgap* pilar-implante, comparar a geometria das roscas e avaliar as características da superfície entre os sistemas. Os resultados mostraram que o VTR pós-fadiga observado no grupo controle foi significativamente maior que no grupo similar (VTR  $42.65 \pm 6.7$  N *versus*  $36.25 \pm 2.63$  N,  $p=0.0161$ ). Já a análise em MEV demonstrou aumento de variação na geometria das roscas do parafuso do grupo similar quando comparado com a geometria das roscas do grupo controle. Os autores concluíram que há uma diferença de acabamento e de tolerâncias de fabricação entre os fabricantes e que este fato tem influência no VTR após a fadiga mecânica levando a valores maiores quando se utiliza pilares do mesmo fabricante que os implantes.

Pintinha (2011) avaliou os valores do torque de desaperto em pilares pra prótese cimentada de corpo único e de parafuso passante de implantes de conexão cônica interna de  $11^\circ$ . A metade dos grupos foi submetida à ciclagem mecânica e a outra metade foi considerada controle (sem ciclagem). Os pilares de corpo único tiveram valores médios, expressos em porcentagem, de perda de torque de 18,35% para o grupo controle e de 15% para o grupo teste (submetido à ciclagem mecânica). Os pilares com parafuso passante do grupo controle mostraram valores de perda de torque de 36,25% e os do grupo teste de 40,85%. Os pilares teste deste grupo tiveram um travamento do corpo do pilar no interior do implante característico deste tipo de pilar de parafuso passante. Para sua remoção, foi necessário um teste de tração que exibiu valores médios duas vezes mais altos para o grupo teste em comparação com o grupo controle.

A infiltração bacteriana entre a interface implante-pilar também é de grande significância, tendo efeito na estabilidade clínica de implantes em longo prazo. Apesar do selamento contra a infiltração bacteriana ser sugerido por alguns autores, a interface cônica não pode evitar esta penetração devido a presença do *microgap* causado pela desadaptação dos componentes inerentes ao processo de fabricação. A diminuição da infiltração bacteriana ocorre à medida que o grau de desadaptação diminui e o torque de aperto do pilar aumenta (Jansen et al., 1997). Um estudo comparando a infiltração bacteriana em implantes com conexão cônica e com conexão hexagonal interna mostrou não haver diferença significativa entre estes implantes (D'Ercole et al., 2014). Para (Saidin et al., 2012) a presença de micromovimentação do pilar durante a função favorece o aparecimento do *microgap*. Os autores avaliaram modelos 3D de diferentes tipos de conexão: hexágono interno, octógono interno, cônica interna e trilobular. Todas as conexões mostraram micromovimentação, porém a conexão trilobular apresentou menores valores, provavelmente devido ao seu formato poligonal.

#### **2.4 Carbono e Filmes finos de Carbono tipo Diamante (DLC)**

O Carbono é um elemento abundante na natureza e que apresenta propriedades que permitem a formação de diversas estruturas amorfas e cristalinas tornando-o estratégico para estudos e aplicações tecnológicas. Dentre as formas alotrópicas do carbono encontram-se o diamante e o grafite. Cada forma apresenta tipos de ligações químicas e propriedades distintas (Fissmer, 2010).

O carbono pode apresentar uma grande variedade de estruturas cristalinas e amorfas devido a sua capacidade de existir em três formas hibridizadas,  $sp^1$ ,  $sp^2$  e  $sp^3$ . Na configuração  $sp^3$ , assim como

no diamante, cada um dos quatro elétrons da camada de valência do átomo de carbono está no orbital  $sp^3$  direcionado de forma tetragonal, fazendo uma forte ligação  $\sigma$  com o átomo adjacente. Já no grafite, que apresenta configurações do tipo  $sp^2$  de forma predominante, somente três dos quatro elétrons da camada de valência encontram-se em orbitais  $sp^2$  e estão direcionados de forma trigonométrica com ligações  $\sigma$  em um plano (Robertson, 2002).

Filmes de carbono amorfo (a-C ou a-C:H) são formados por átomos de carbono híbridos na forma  $sp^2$  e  $sp^3$ . A relação entre as quantidades de hibridizações  $sp^2$  e  $sp^3$  presentes nos filmes determina suas propriedades físicas e mecânicas. Filmes a-C com alto teor de hibridizações  $sp^3$  são conhecidos como carbono tipo diamante (*diamond-like carbon* – DLC) por apresentarem propriedades muito semelhantes as do diamante, tais como: alta dureza, módulo de elasticidade elevado, entre outras (Robertson, 2002; Fissmer, 2010). Filmes de carbono amorfo hidrogenados (a-C:H) apresentam uma concentração de hidrogênio em sua composição que também determina algumas de suas propriedades (Robertson, 2002).

A figura 2 mostra um diagrama de fases ternário que representa as formas de carbono amorfo de acordo com a quantidade de ligações  $sp^2$ ,  $sp^3$  e seu teor de hidrogênio.

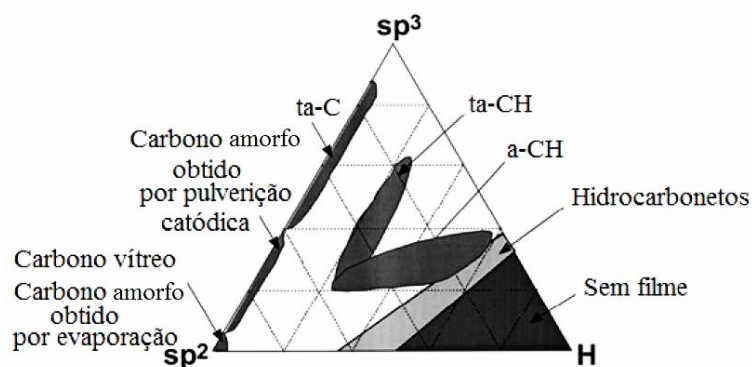


Figura 2 – Diagrama de fases ternário: tipos de carbono amorfo em relação à concentração de ligações  $sp^2$  e  $sp^3$  e teor de hidrogênio (Robertson, 2002).



Filmes DLC vêm atraindo atenção significativa nos últimos tempos devido as suas propriedades com alto grau de dureza, por serem quimicamente inertes, apresentarem baixo coeficiente de atrito e alta resistência ao desgaste. As propriedades dos filmes de DLC têm mostrado variar de acordo com as condições de crescimento. Em particular, as voltagens de autopolarização (*self-bias*) aplicadas ao porta substrato durante a aplicação do filme de DLC na técnica PECVD r.f. (Deposição Química à Vapor Assistida por Plasma por radiofrequência), afetam as microestruturas e as propriedades micromecânicas dos filmes. A escolha correta destes parâmetros leva a filmes com propriedades tipo-diamante e sugerem sua performance em um grande número de aplicações, tornando os filmes DLC atrativos para a engenharia de materiais e para sua produção em escala industrial (Capote et al., 2006b).

A versatilidade de uso em diversos tipos e formas de substratos aliados as propriedades únicas dos filmes de DLC o tornam um material de extremo interesse para diversas aplicações (Radi, 2008).

## **2.5 Técnicas de deposição dos nanofilmes:**

A deposição de filmes finos de carbono amorfo pode ser realizada por vários processos que podem ser divididos em duas grandes áreas: PVD - *Physical Vapour Deposition* (Deposição Física à Vapor) e CVD - *Chemical Vapour Deposition* (Deposição Química à Vapor) (Fissmer, 2010). Na técnica PVD, os átomos de carbono são retirados de uma fonte geradora sólida (alvo) e transportados na forma de vapor por meios físicos até o substrato. Neste caso, o processo de deposição acontece, essencialmente, sob condições de baixa pressão garantindo que os átomos extraídos cheguem até o substrato (Fissmer, 2010). A

técnica CVD é a mais utilizada para crescimento de filmes de carbono amorfo e consiste na ocorrência de reações químicas na superfície do substrato. A estrutura dos filmes obtidos por esta técnica apresenta aglomerados de hibridização do tipo  $sp^2$  interconectados por carbonos com hibridização  $sp^3$  (Fissmer, 2010). A técnica PACVD (Deposição Química a Vapor Assistida por Plasma) permite que os filmes de DLC sejam depositados em substratos de diferentes tamanhos e formas de forma uniforme, sendo possível ser produzido em larga escala oferecendo baixos custos quando comparado com as outras técnicas (Marciano et al., 2009).

O método PACVD tem diversas vantagens incluindo baixa temperatura de processo e melhor adesão a diversos substratos. A performance dos filmes de DLC é altamente dependente das taxas de ligações atômicas as quais são, em termos, dependentes do método de deposição e dos vários parâmetros de deposição. A pressão do plasma e os gases precursores são os parâmetros que mais tem efeito nas propriedades dos filmes de DLC (Maheswaran et al., 2010).

Algumas técnicas são largamente utilizadas para deposição de filmes finos de DLC, dentre elas podemos citar: técnica assistida por feixe de íons (IBAD), deposição química a vapor assistida por plasma por rádio frequência (r.f.-PACVD) e a deposição química a vapor assistida por plasma com fonte DC pulsátil (DC-PACVD). Comparando estes processos, estudos verificaram que os filmes de DLC depositados pela técnica DC-PACVD apresentaram melhores propriedades mecânicas e tribológicas mantendo sua uniformidade independente da forma ou da disposição que o substrato apresentava no interior da câmara do reator (Bonetti et al., 2006; Trava-Airoldi et al., 2007a).

Análises de filmes DLC mostram que as propriedades microestruturais, mecânicas e tribológicas dependem de variações nos parâmetros físicos do processo de deposição, tais como: natureza do alvo

de bombardeamento, energia iônica de bombardeamento e temperatura do substrato durante a deposição (Trava-Airoldi et al., 2007b). Testes tribológicos mostram que recobrimentos com alto conteúdo de  $sp^2$  tendem a ter menores coeficientes de atrito em condições secas, porém apresentam maiores taxas de desgaste do que recobrimentos com alto conteúdo de  $sp^3$  e baixo conteúdo de hidrogênio (Love et al., 2013).

Um dos maiores problemas no uso de recobrimentos de DLC é o alto nível de tensão interna que é gerada durante o processo de recobrimento, particularmente naqueles com altas relações de  $sp^3/sp^2$ . Esta tensão interna elevada ( $> 1$  GPa) faz com que o recobrimento seja mais propenso a sofrer delaminação levando a uma falha catastrófica. A delaminação prematura dos filmes de DLC pode ser evitada por meio da deposição de uma ou mais intercamadas que promovem a adesão entre os dois substratos. Os materiais mais comumente utilizados como intercamadas incluem: titânio (Ti), cromo carbide (CrC) e nitreto de silício ( $Si_3N_4$ ) (Love et al., 2013). Uma melhor adesão dos filmes de DLC a substratos de liga de titânio ( $Ti_6Al_4V$ ) é obtida quando os filmes são obtidos pelo método de PAVCD e uma intercamada de silício é utilizada. Filmes obtidos por este método apresentam alta aderência, baixo coeficiente de atrito, baixo estresse total e alto grau de dureza (Capote et al., 2006a).

Venancio (2005) avaliou a citotoxicidade e bioatividade dos filmes DLC e DLC-Si além de algumas de suas propriedades mecânicas em função da variação dos parâmetros de deposição. A técnica de deposição utilizada para obtenção dos filmes foi a PACVD por rádio frequência. Os resultados mostraram maiores valores aos ensaios de dureza Vickers, dureza ao risco (Esclerometria) e nanoindentação para os substratos com aplicações de filmes DLC e DLC-Si quando comparado com substrato Ti-cp (Titânio comercialmente puro). A autora concluiu que os filmes de DLC e DLC-Si aplicados sobre o substrato de titânio

melhoraram os valores de dureza e oferecem maior proteção contra o desgaste. Além disso, não geram efeitos citotóxicos.

## 2.6 Incorporação de nanopartículas de Ag e seu efeito bactericida

Outra forma de melhorar as propriedades dos filmes de DLC é pelo método de dopagem. A maioria dos materiais utilizados na dopagem dos filmes de DLC reduzem a tensão residual sem comprometimento de suas propriedades anticorrosivas e de resistência ao desgaste (Love et al., 2013). Em filmes de DLC dopados com nanopartículas de prata (AgDLC) observou-se que a prata não se une quimicamente ao carbono, porém melhora suas propriedades reduzindo o estresse total e tendo uma atividade antibacteriana (Marciano et al., 2009). Ao adicionar prata ao filme de DLC, Heon et al. (2008) verificou que as estruturas de ligação, energia de superfície, ângulo de contato e taxa de adsorção de proteína dos filmes de DLC foram modificadas. Análises em espectroscopia Raman detectaram que o aumento no conteúdo de prata no filme resultou em aumento de ligações  $sp^2$  na matriz de carbono amorfo (Heon et al., 2008; Zhang et al., 2008).

Estes filmes, quando obtidos pela técnica PECVD, apresentam boa qualidade quando comparados com filmes de DLC puros, tendo somente uma pequena redução em seus valores de dureza (19,0 a 20,0 GPa para os filmes de DLC puros e de 11,0 a 16,0 GPa para os filmes de AgDLC) (Marciano et al., 2009). Além disso, a incorporação de prata em filmes de DLC revela um efeito de alisamento da superfície em análises de microscopia de força atômica (Lungu, 2005; Zhang et al., 2008) e a força de adesão de filmes de DLC diminui com a hidrogenação e é aumentada pela a dopagem com prata (Zhang et al., 2008).

As propriedades estruturais de filmes de AgDLC foram caracterizadas em um estudo de Kwok et al. (2007). A análise em XPS do filme indica que a prata está presente entre a matriz de carbono, permanecendo em estado metálico, sem se unir aos átomos de carbono. Neste mesmo estudo, os autores avaliaram a biocompatibilidade do filme, verificando boa adesão plaquetária e melhor biocompatibilidade nas amostras com prata, demonstrando assim, que filmes de AgDLC são potencialmente úteis como biomateriais tendo boa compatibilidade sanguínea e características antimicrobianas. Esta atividade antimicrobiana ainda não é completamente compreendida. Kim JS et al. (2007) sugerem que esta inibição do crescimento pode estar relacionada à formação de radicais livres na superfície dos íons de prata e essa geração incontável pode atacar a membrana lipídica levando à interrupção de sua função.

A biocompatibilidade da incorporação de prata e, especialmente, sua interação com os tecidos celulares foram verificadas em estudo in vitro. Após as análises, a prata não mostrou ter efeitos de genotoxicidade nem citotóxicos quando comparada ao aço inoxidável, material largamente usado em implante metálico na área ortopédica. Os dados de cito-compatibilidade também revelaram boa atividade osteoblástica dos materiais recobertos com prata, principalmente em longos períodos de incubação, indicando boa interação tecidual (Bosetti et al., 2002).

O primeiro estudo sobre a atividade bactericida de filmes de DLC e AgDLC obtidos pela técnica PECVD foi publicado por Marciano et al. (2009) e mostrou que os filmes de AgDLC tiveram ação antibacteriana contra a bactéria *Escherichia coli* (*E. coli*) indicando que estes filmes podem ser úteis em aplicações biomédicas. O efeito bactericida do filme de AgDLC sobre microrganismos do tipo *S. Sanguinis* também foi verificado. Schwarz et al. (2011) afirmam que este efeito é induzido por íons de Ag soltos e presentes em toda a superfície do filme.

Os mesmos autores dizem ainda que a incorporação de prata em filmes de DLC deve ser realizada uma vez que a prata contribui com o efeito bactericida sendo suficiente para evitar inflamações geradas por biofilmes e consideram a sua aplicação viável em implantes médicos, especialmente, odontológicos e em instrumental cirúrgico.

Em um estudo mais recente sobre o efeito bactericida da prata, Cardoso (2013) avaliou a infiltração bacteriana em implantes hexágono externo e hexágono interno com filmes de DLC e AgDLC aplicados na base dos pilares e verificou que a presença dos filmes não causou redução significativa da frequência de infiltração bacteriana nem da contagem de bactérias no interior dos implantes. O filme de AgDLC, no entanto, reduziu significativamente a adesão de bactérias à superfície do titânio. A autora salienta que mais estudos com incorporação de prata aos filmes de DLC devem ser realizados, principalmente no que tange maiores concentrações de prata e sua potencial toxicidade.

## **2.7 Uso do DLC na implantodontia**

Kim BK et al. (2005) avaliaram a efetividade do recobrimento de DLC sobre a plataforma de implantes de hexágono externo quando submetidos à ciclagem mecânica. Filmes finos de DLC incorporados com silício com 1  $\mu\text{m}$  de espessura foram depositados sobre a plataforma de 10 implantes pela técnica PECVD r.f.. A ciclagem foi conduzida a uma frequência de 20 Hz com uma carga de 100 N. As imagens de microscopia eletrônica de varredura mostram que a superfície do titânio sem revestimento de DLC apresentou maior rugosidade e menor resistência ao desgaste antes e após a ciclagem. Neste estudo o recobrimento com DLC parece ter causado um deslizamento entre o pilar

e a plataforma do implante. O baixo coeficiente de atrito e a alta dureza da camada de DLC, no entanto, ofereceu alguns benefícios na prevenção da deformação do topo do implante. Os autores observaram uma diferença significativa entre os grupos com e sem recobrimento de DLC onde os grupos com DLC apresentaram maior resistência ao afrouxamento do parafuso indicando sua relação com o mecanismo de efeito de acomodação do titânio.

Teixeira (2005), avaliando a pré-carga alcançada por parafusos de titânio sem recobrimento, com recobrimento de DLC e recobrimento de DLC-Si, verificou que os parafusos sem recobrimento apresentaram uma média de 28,01 Ncm de destorque com valor de pré-carga alcançada de 313,48 N. Os parafusos com recobrimento de DLC e DLC-Si apresentaram média de destorque de 26,02 Ncm e 26,34 Ncm respectivamente e uma pré-carga de 467,64 N e 442,74 N. No mesmo estudo a autora avaliou por meio de microscopia eletrônica de varredura o padrão de contato entre as roscas do parafuso e as roscas internas do análogo do implante e verificou que o recobrimento com filmes de DLC não melhorou o contato dos filetes da rosca.

Wuo (2008) avaliou os valores de torque de aperto e desaperto de pilares de implantes de conexão interna cônica de 11,5°. Para tal, utilizou pilares de corpo sólido e de parafuso passante com e sem deposição de filme de DLC na área de atrito do cone e nas roscas dos pilares. Os conjuntos não foram submetidos à ciclagem mecânica e após os ciclos de aperto e desaperto dos pilares o autor verificou um ganho médio no torque de desaperto de 18,55% para os pilares sólidos sem recobrimento de DLC e de 10,55% no grupo com recobrimento de DLC. A análise dos resultados mostrou uma diferença estatística significativa entre os grupos.

(Assuncao et al., 2012) testaram a manutenção do torque de inserção de parafusos protéticos de liga titânio ( $Ti_6Al_4V$ ), ouro, liga de titânio recoberto com DLC e liga de titânio recoberto com nitreto de titânio

(TiN). Os valores de destorque foram menores em todos os modelos. Porém, os grupos com parafuso de liga de titânio e liga de titânio recoberto com DLC apresentaram maior manutenção dos valores de torque de inserção ( $81,42\% \pm 3,57\%$  e  $73,62\% \pm 2,40\%$ ). Os autores salientam que as diferenças entre os valores de destorque também é influenciado por diferenças na geometria e nas propriedades do material dos parafusos.

A perda de manutenção da pré-carga em pilares com e sem recobrimento de W-DLC após ensaio de fadiga mecânica não mostrou diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Os testes realizados antes do ensaio de fadiga mostraram que o grupo sem recobrimento nos parafusos teve uma melhor manutenção da pré-carga (91,1%) comparado ao grupo com recobrimento de W-DLC (86%). Os autores sugerem que o recobrimento reduziu a fricção durante o torque de aperto promovendo maior pré-carga; no entanto, pode ter igualmente reduzido a resistência friccional do parafuso durante o torque de remoção, resultando em menores valores de torque reverso no grupo com recobrimento (Basílio et al., 2012).

Diez et al. (2012) avaliaram a interface implante-pilar e o destorque do parafuso em implantes de hexágono interno e externo quando parafusos com recobrimento de DLC eram utilizados. Após a ciclagem mecânica foi verificado o aumento do *gap* presente na interface implante-pilar, porém nos grupos com parafusos recobertos com DLC este *gap* foi significativamente menor. Os valores de destorque foram menores em todos os grupos após a ciclagem, no entanto, não houve correlação entre o *gap* na interface implante-pilar e o destorque dos parafusos.

A efetividade de parafusos de liga de titânio com recobrimento de DLC-W (Carbono tipo diamante dopado com tungstênio) e parafusos sem recobrimento na estabilidade de pilares de zircônia foi avaliada por Basílio et al. (2012). Os valores de destorque foram



verificados antes e após o ensaio de fadiga mecânica. Os parafusos sem recobrimento mostraram maiores valores de destorque antes da ciclagem ( $91,1\% \pm 3,5\%$ ) comparado com os parafusos com DLC-W ( $86,0\% \pm 5,4\%$ ). Após a ciclagem, os parafusos com recobrimento DLC-W tiveram melhores resultados ( $75,4\% \pm 7,7\%$ ) comparados aos parafusos sem recobrimento ( $78,1\% \pm 10,0\%$ ). Os autores explicam este fenômeno pelo fato do recobrimento de DLC-W ter reduzido o atrito gerado durante o apertamento promovendo maior pré-carga, no entanto o recobrimento teria, igualmente, reduzido a resistência ao atrito durante a sua remoção, resultando em baixo valor de destorque para os parafusos DLC-W previamente à ciclagem. Em relação aos resultados obtidos após a ciclagem, os autores acreditam que a maior pré-carga gerada pela redução no atrito dos parafusos com DLC-W teria levado à maior estabilidade da conexão, com menor propensão a vibrações e micro-movimentações durante a ciclagem.

A resistência flexural de parafusos protéticos de um sistema montado, implante-parafuso-pilar, parece sofrer influência frente a aplicação de filmes de DLC. No estudo de Prado et al. (2014), 40 parafusos, com e sem aplicação de filme, foram submetidos ao teste de resistência flexural. Uma carga foi aplicada perpendicularmente ao longo eixo dos implantes a uma velocidade de 0,5 mm/min. Após análise estatística dos dados, os parafusos recobertos com DLC mostraram maiores valores de resistência flexural (503,2 N) do que os sem recobrimento (372 N).

### **3 PROPOSIÇÃO**

Vistas as vantagens do uso de um lubrificante sólido na fixação de próteses sobre implante e a escassa literatura avaliando questões mecânicas de filmes de DLC dopados com nanopartículas de Ag, bem como o uso de filmes de DLC em pilares de sistemas cônicos internos, este trabalho tem por objetivos:

- a) Avaliar o efeito de dois diferentes tratamentos de superfície na perda de torque de pilares protéticos de dois sistemas de conexões cônicas internas submetidos à ciclagem mecânica;
- b) Submeter os parafusos recobertos com filmes de DLC às análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com o objetivo de se verificar o grau de adaptação do pilar e de suas roscas em relação ao implante bem como a deformação gerada nas roscas dos pilares e nas roscas internas dos implantes após o envelhecimento mecânico;
- c) Analisar as propriedades dos filmes de DLC depositados sobre os substratos planos por meio de análises tribológicas e Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS).

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Materiais

Para realização deste trabalho foram utilizados implantes com conexão cônica interna de 8° e de 11°, ambos medindo 4,0 x 13,0 mm acoplados a seus respectivos pilares de corpo único. Também foram utilizados substratos planos de titânio. Os modelos e especificações dos materiais utilizados estão descritos no Quadro 1.

Quadro 1 – Relação e especificação dos implantes, componentes e amostras planas utilizadas

IMPLANTE	<b>Conexão</b>	Cônico Interno de 8°	Cônico interno de 11°
	<b>Indexação</b>	Octógono interno	Duplo hexágono
	<b>Código</b>	CM 413	BF 4013
	<b>Dimensões (mm)</b>	Ø4.0x13,0	Ø4.0x13,0
	<b>Fabricante</b>	Titaniumfix, São José dos Campos, SP, Brasil	Titaniumfix, São José dos Campos, SP, Brasil
PILAR	<b>Modelo</b>	Pilar Sólido	Pilar Direto
	<b>Código</b>	CMAC 7.0 – lote: 153012	406.015 – lote: 098510
	<b>Dimensões (mm)</b>	Ø4.0x7.0 – rosca M2.0	Ø4.0x5.5 – rosca M1.6
	<b>Fabricante</b>	Titaniumfix, São José dos Campos, SP, Brasil	Titaniumfix, São José dos Campos, SP, Brasil
PLANOS	<b>Tipo</b>	Placa	Disco
	<b>Material</b>	Ti cp	Ti cp
	<b>Dimensões (mm)</b>	14 X 14 mm	Ø 1.0 cm

## 4.2 Método

Este trabalho foi dividido em três etapas distintas. Na Etapa 1, foram realizadas análises da qualidade dos filmes de DLC e AgDLC, bem como sua caracterização química e física. Na Etapa 2, foi realizada análise dos valores de destorque dos pilares após a ciclagem mecânica. Na Etapa 3, foi realizada a análise da adaptação dos pilares e de suas roscas no interior dos implantes, antes e após ciclagem mecânica. As etapas 1 e 3 são etapas de caráter qualitativo e morfológico e não foram submetidas à análise estatística.

### 4.2.1 Etapa 1

#### 4.2.1.1 Deposição dos filmes

Para efetivação desta etapa, foram realizadas deposições de filmes DLC e AgDLC sobre lâminas de titânio comercialmente puro (Ti-cp) de 14 × 14 mm de dimensão e de discos usinados de titânio com intuito de verificar a qualidade dos filmes e sua aderência ao substrato.

As lâminas de Ti-cp foram lixadas em um dos lados com lixa d'água de granulação 1200 para padronização das superfícies. Os discos de titânio não foram lixados para que mantivessem o padrão de rugosidade igual ao dos pilares. A aplicação dos filmes foi realizada no Departamento de Física do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), São José dos Campos, SP, Brasil.

#### 4.2.1.2 Limpeza do substrato

Previamente à aplicação dos filmes, as amostras passaram por um ciclo de lavagem em cuba ultrassônica contendo acetona, durante 15 minutos e deixadas para secar ao ar (Figura 3).



Figura 3 – Amostras de titânio no interior da cuba ultrassônica.

Já no interior da câmara de deposição, as amostras foram submetidas à limpeza por plasma de argônio. Inicialmente, foi estabelecido um alto vácuo ( $7,5 \times 10^{-5}$  Torr). Em seguida, o porta amostras foi aquecido até atingir a temperatura de  $410^{\circ}\text{C}$  e as amostras foram submetidas ao plasma de argônio durante 40 minutos e um fluxo de 20 sccm. Este procedimento visou a remoção da camada de óxido e também de qualquer resíduo e/ou impurezas que por ventura ainda restaram sobre as amostras. A limpeza é feita por meio do bombardeamento de íons de argônio, que é um gás inerte e não modifica a superfície do substrato (Figura 4). Este processo é de grande importância durante o processo de adesão dos filmes ao substrato. Durante todo o tempo a tensão foi mantida em -900 V.

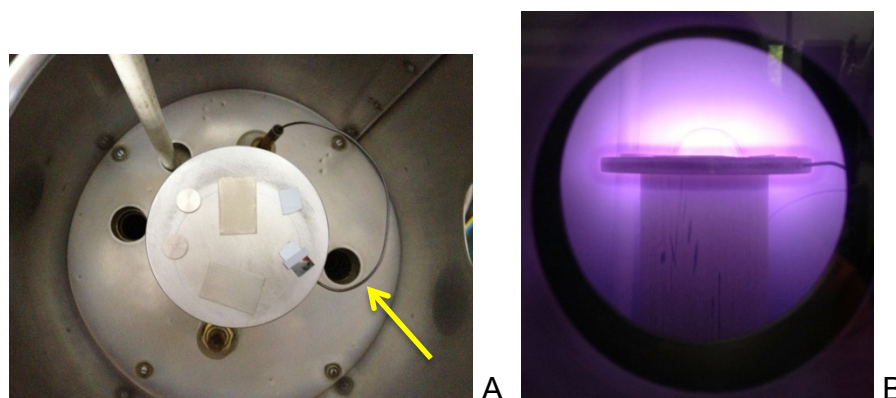


Figura 4 – A) Porta-amostras no interior do reator (aberto) com dois discos, duas placas e dois silícios, antes do processo de deposição (a seta indica o termopar acoplado ao porta-amostras); B) Vista através da janela do reator do porta-amostras durante o processo de deposição, em plasma de argônio.

#### 4.2.1.3 Preparo do substrato

Após o processo de limpeza do substrato, foi depositado o filme de silício amorfo. Esta intercamada é necessária para garantir boa aderência do filme de DLC sobre a superfície das amostras de titânio (Schauer, Winter, 2008). A deposição do silício foi feita a partir de plasma de hexametildisiloxano (HMDSO,  $C_6H_{18}OSi_2$ ), um líquido volátil, a uma pressão de  $1,0 \times 10^{-2}$  Torr, durante 30 minutos. Finalizado este processo, ainda na presença do HMDSO, a pressão foi elevada à  $1,6 \times 10^{-1}$  Torr e foi realizada a injeção de metano a 13 sccm durante 10 minutos, para a obtenção da intercamada entre o filme de silício e o DLC. Para o filme de AgDLC, foi realizada a injeção de hexano com nanopartículas de prata, variando-se a pressão em  $0,7 \times 10^{-2}$  Torr, ainda na presença de HMDSO. Esta etapa teve duração de 5 minutos, a uma pressão de  $8,0 \times 10^{-2}$  Torr.

#### 4.2.1.4 Técnica para obtenção e aplicação dos filmes DLC e AgDLC

Os filmes de DLC e AgDLC foram depositados pela técnica de deposição de vapor químico assistida por plasma (PECVD). O processo é realizado, em sua totalidade, no interior de uma câmara a vácuo de 18 L, bombeada por bomba mecânica que atinge a pressão base de  $7,5 \times 10^{-5}$  Torr. O plasma foi gerado pela fonte de potência de descarga contínua (DC) negativa pulsátil com frequência de 20 KHz (Figura 5). O porta-amostras foi polarizado com a tensão negativa e o corpo do reator foi aterrado.

O fluxo de gases é controlado por meio de dispositivos denominados fluxímetros. A potência de deposição foi mantida em torno de 200 W. A voltagem do cátodo e a corrente elétrica foram mantidas constantes durante todo o processo de deposição.

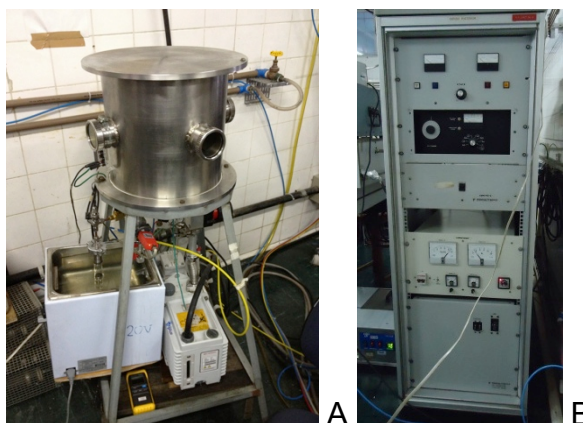


Figura 5 – A) reator para deposição dos filmes de DLC pela técnica de PECVD; B) fonte de DC pulsátil acoplada ao reator.

A deposição do filme de DLC foi feita a partir de plasma de metano ( $\text{CH}_4$ ), e a deposição do filme AgDLC, a partir de vapor de hexano ( $\text{C}_6\text{H}_{14}$ ) contendo nanopartículas de prata (30 a 50 nm).

Finalizado o processo de preparo do substrato, inicia-se a deposição do filme e DLC propriamente dita, fechando-se o fluxo de HMDSO e mantendo-se o fluxo de metano a 13 sccm e do argônio a 5 sccm. Esta etapa teve duração de 1 h e 30 minutos, a uma pressão de  $1,1 \times 10^{-1}$  Torr. Para a deposição do AgDLC, fechou-se o fluxo de HMDSO, reduzindo o argônio a 5 sccm. A pressão de  $8,0 \times 10^{-2}$  Torr da etapa anterior foi mantida, e a duração desta etapa foi de 1 h e 30 minutos.

Previamente às deposições de DLC dopado com prata, a solução de hexano com prata foi agitada em ultrassom por 15 minutos, para que as partículas pudessem se dispersar homoganeamente na solução.

A remoção das amostras só foi realizada após o resfriamento total do reator e do porta-amostras. As amostras foram retiradas do porta-amostras com auxílio de uma pinça de titânio, sem que a superfície do filme fosse tocada e foram armazenadas em sacos plásticos individuais.

#### 4.2.1.5 Análises tribológicas dos filmes

A tribologia é a ciência que estuda o desgaste, o atrito e a lubrificação entre duas superfícies em contato e em movimento relativo, reunindo conhecimentos básicos de diversas áreas do conhecimento, como: física, química, mecânica e ciência dos materiais (Radi, 2008)

As análises foram realizadas no Laboratório de Nanotecnologia em Plasma do Instituto de Pesquisas e Desenvolvimento da Universidade do Vale do Paraíba (IP&D, UNIVAP, São José dos Campos, SP). Quatro lâminas, sendo duas com recobrimento de filmes de DLC e duas com Ag-DLC, foram limpas com acetona, posicionadas e



fixadas à base do tribômetro (CETR Biomedical Tribometer, CETR-Bruker, Campbell, CA). Foram realizados testes de adesão (esclerometria) e de coeficiente de atrito em lâminas distintas. Os testes foram conduzidos em ambiente com temperatura de 24,8°C e umidade de 46% (Figura 6).

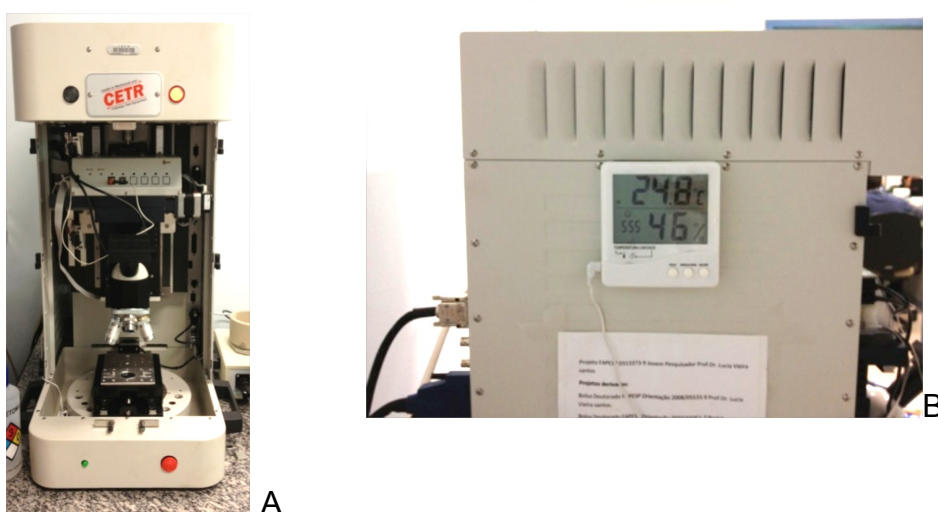


Figura 6 – A) Imagem do tribômetro; B) temperatura e umidade do ambiente no momento do teste.

#### 4.2.1.5.1 Teste de esclerometria

Este teste verifica a adesão do filme ao substrato de forma controlada e monitorada e é uma técnica semiquantitativa e altamente reprodutível onde a carga crítica no momento em que a falha ocorre é utilizada para comparar as propriedades coesivas e adesivas de recobrimentos. Durante o teste, são realizados riscos sobre a amostra com uma ponta de diamante que traça o risco a uma velocidade constante, carga progressiva e uma taxa de carregamento fixa até que ocorra a trinca do filme ou o aparecimento do substrato. As trincas são

verificadas com o uso de sensor de emissão acústica e a exposição do substrato pode ser verificada com o microscópio óptico. A carga indicada no momento em que a trinca ou a delaminação do filme ocorre é denominada carga crítica. Este teste é considerado semiquantitativo porque o valor da carga crítica não é um valor de adesão, portanto este teste tem caráter mais qualitativo do que quantitativo, podendo ser utilizado para comparar os materiais.

Para o teste de esclerometria foi utilizada uma ponta de diamante do tipo Rockwell (Rockwell C, CETR-Bruker, Campbell, CA). O teste foi conduzido a uma velocidade de 0,1 mm/s com carga progressiva de 0,2 Ncm a 20 Ncm em área de 100 mm. O ponto onde o recobrimento falha por trinca ou onde ocorre a delaminação do filme é dado como ponto inicial da falha. Três testes foram realizados por amostra, a fim de, determinar exatamente a carga crítica (Figura 7).

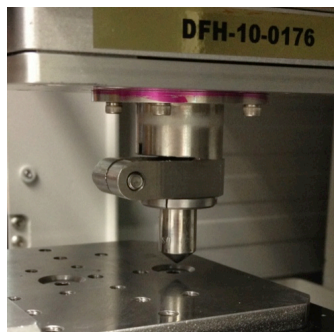


Figura 7 – Teste de esclerometria sendo realizado sobre substrato de Ti CP com recobrimento de filme de AgDLC.

#### 4.2.1.5.2 Coeficiente de atrito

Durante este teste, uma ponta esférica de aço se desliza sobre a amostra aplicando uma carga durante tempo pré-determinado.

Para a análise do coeficiente de atrito foi utilizada uma ponta de aço esférica com 4,0 mm de diâmetro. O teste foi conduzido à velocidade de 5 mm/s com carga progressiva de 2 Ncm. A extensão do deslocamento foi de 5 mm durante o período de 1000 s (Figura 8).

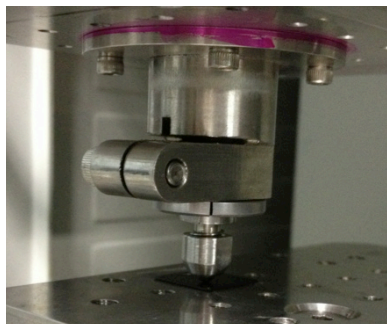


Figura 8 – Teste de coeficiente de atrito sendo realizado sobre substrato de Ti CP com recobrimento de filme de AgDLC.

#### 4.2.1.6 Caracterização dos filmes de DLC e AgDLC

A caracterização foi realizada após a deposição dos filmes sobre os discos de Ti. As amostras foram submetidas às análises de rugosidade por perfilometria óptica, medida da espessura e caracterização química por Energia Dispersiva de Raios-X (EDS).

##### 4.2.1.6.1 Medida da rugosidade dos filmes de DLC e AgDLC por perfilometria óptica (Ra)

A rugosidade dos filmes de DLC e AgDLC, bem como do substrato foi realizada por meio de perfilometria óptica. As análises foram realizadas em perfilômetro óptico (*Optical Profiling System*, WYKO NT 1100, Veeco, Nova Iorque, EUA) disponível do LAS/INPE (Figura 9). A

perfilometria óptica é uma técnica de análise tridimensional e não destrutiva da topografia de uma superfície que é dada pela distância entre picos e vales presentes na superfície a ser testada.

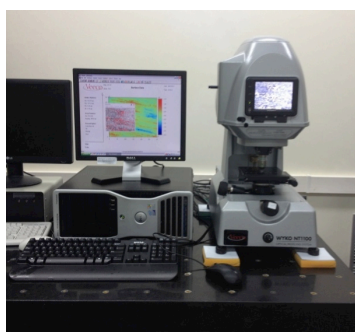


Figura 9 – Imagem do Perfilômetro óptico utilizado para realização das análises de rugosidade.

As medidas foram realizadas no modo VSI (Deslocamento de Interferência Vertical) com aumento de 20x. Neste modo de trabalho, um feixe de luz branca é filtrado e passa através de uma objetiva interferométrica até atingir a superfície do material. O divisor de feixe interferométrico reflete metade do feixe incidente para a superfície de referência, dentro do interferômetro. Os feixes que refletem da superfície de teste e a superfície de referência se recombinaem e formam franjas de interferência. Estas franjas se mostram no monitor como faixas de luz alternada e faixas escuras durante a obtenção do foco (Figura 10).

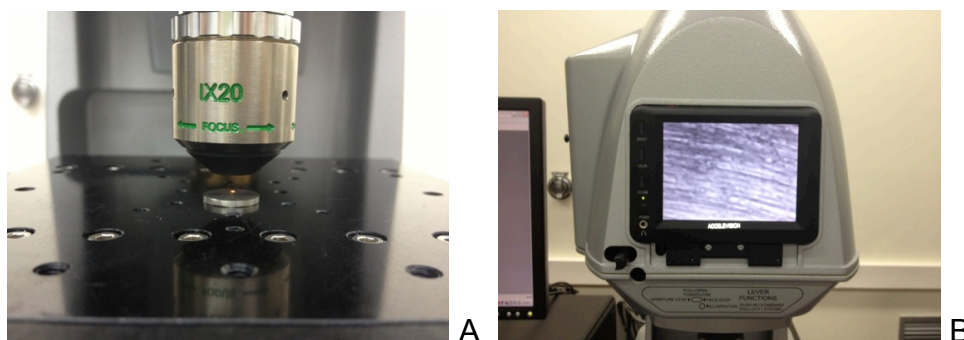


Figura 10 – A) Perfilometria óptica sendo realizada sobre o substrato; B) imagem exibida no monitor do perfilômetro durante a análise.

Foram realizadas cinco medidas, em pontos aleatórios, em cada amostra para obtenção dos valores de Ra (média da distância entre picos e vales presentes na área testada) de cada superfície analisada. Os resultados foram analisados por meio do programa *WYCO Vision32*.

#### 4.2.1.6.2 Medida da espessura dos filmes de DLC e AgDLC por perfilometria

No momento da deposição dos filmes sobre os discos de titânio, foram colocadas amostras de silício sobre o porta-amostras. Sobre esta amostra de silício foi colocado um pequeno fragmento do mesmo material recobrando-o parcialmente. Após a aplicação do filme, o fragmento foi removido e notou-se que o filme recobriu somente a porção exposta do substrato de silício. Este degrau formado entre a parte recoberta e a não recoberta por filme foi medida em perfilômetro para se determinar a espessura dos filmes e a sua taxa de deposição.

A espessura dos filmes foi realizada em perfilômetro (Alpha-Step 500, Tencor, EUA), no laboratório Associado de Sensores e Materiais (LAS) do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE, São José dos Campos, SP) (Figura 11). Durante a aferição, uma ponta de diamante desliza sobre a superfície em uma linha reta, determinando a sua topografia (Bonetti, 2008).



Figura 11 – Perfilômetro utilizado para medir a espessura dos filmes de DLC.

#### 4.2.1.6.3 Análise dos filmes de DLC e AgDLC por espectroscopia de espalhamento Raman

A qualidade dos filmes de DLC e AgDLC, depositados sobre substratos de titânio, foi avaliada por meio da espectroscopia de espalhamento Raman. Esta técnica fornece informações sobre a estrutura de materiais como o DLC e é bastante utilizada por ser relativamente simples e não destrutiva. As análises foram realizadas em temperatura ambiente, no Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LAS) do INPE. O equipamento Raman utilizado foi o *Renishaw* 2000 (Figura 12) que opera com laser de argônio retroespalhado de comprimento de onda de 514 nm. A calibração foi feita a partir de uma amostra de diamante.



Figura 12 – Equipamento usado para a análise de espectroscopia de retroespalhamento Raman.

O espectro obtido para o diamante tem uma única banda característica e centrada em  $1332\text{ cm}^{-1}$ , enquanto que o espectro do cristal de grafite tem uma banda centrada em  $1575\text{ cm}^{-1}$ , denominada “G”. O grafite desordenado apresenta uma segunda banda, centrada em  $1350\text{ cm}^{-1}$ , denominada banda “D”, que está relacionada à desordem do material. Os espectros Raman típicos de materiais de carbono amorfo apresentam as duas bandas G e D, centradas em torno de  $1560\text{ cm}^{-1}$  e

1350  $\text{cm}^{-1}$ , respectivamente. A Figura 13 mostra um espectro Raman típico de um filme de DLC.

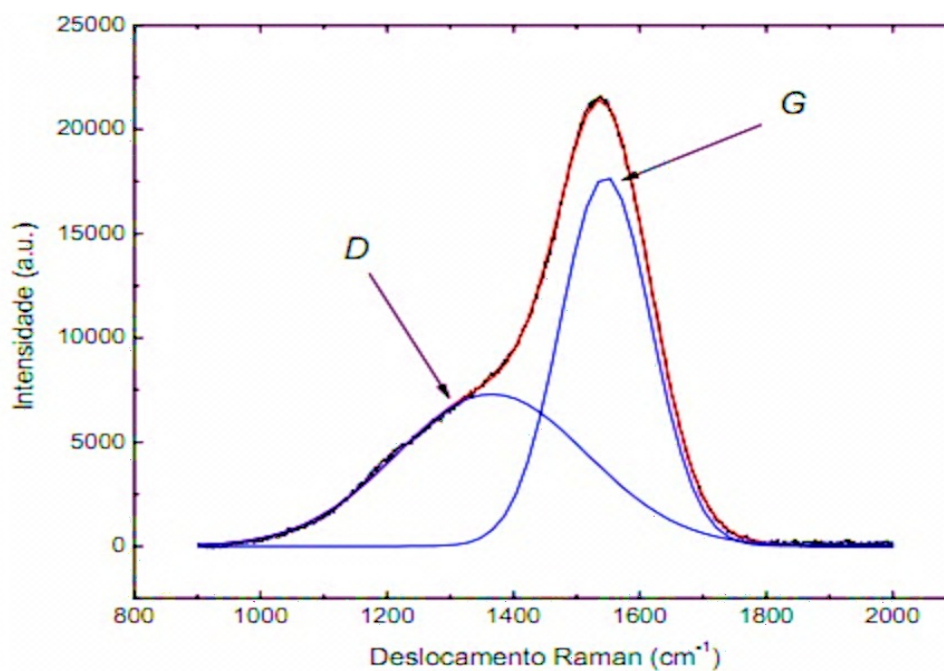


Figura 13 – Espectro Raman típico de um filme de carbono amorfo hidrogenado obtido por PECVD em plasma de metano (Bonetti, 2008).

Os espectros obtidos foram analisados com o auxílio do programa computacional *OriginPro 8*.

#### 4.2.2 Etapa 2

Nesta etapa foram utilizados 60 conjuntos de implante/pilar divididos em seis grupos de acordo com o tipo de conexão e tipo de aplicação de filme, conforme o Quadro 2.

Quadro 2 – Divisão de grupos em relação ao tipo de conexão e deposição dos filmes

TIPO DE CONEXÃO	GRUPOS (n=10)	TRATAMENTO
Cônica interna de 8°	GC-8	Nenhum tratamento (controle)
	DLC-8	Deposição de DLC
	AgDLC-8	Deposição de AgDLC
Cônica interna de 11°	GC-11	Nenhum tratamento (controle)
	DLC-11	Deposição de DLC
	AgDLC-11	Deposição de AgDLC

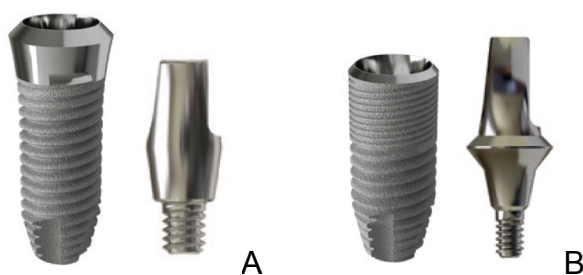


Figura 14 – Imagem gráfica dos implantes e pilares utilizados. A) Implante de conexão interna cônica de 8° (c-fix, Titaniumfix, Brasil) e seu respectivo pilar de corpo único (Pilar Sólido, Titaniumfix, Brasil); B) Implante de conexão interna cônica de 11° (b-fix, Titaniumfix, Brasil) e seu respectivo pilar de corpo único (Pilar Direto, Titaniumfix, Brasil).

#### 4.2.2.1 Deposição dos filmes

Os pilares receberam aplicação de filmes de DLC sobre sua superfície (roscas e base do pilar). Os grupos DLC-8, e DLC-11 foram recobertos com filmes de DLC e os grupos AgDLC-8 e AgDLC-11 foram recobertos com filme de DLC dopado com nanopartículas de prata (AgDLC). As deposições foram realizadas no Laboratório de Plasmas e Processos do Departamento de Física do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA, São José dos Campos, SP, Brasil) e seguiram os



mesmos parâmetros utilizados nas deposições sobre as lâminas e discos de titânio. Os pilares do grupo GC-8 e GC-11 não receberam nenhum tipo de tratamento e serviram como grupo controle.

#### 4.2.2.2 Posicionamento dos pilares no interior do reator

Os pilares foram posicionados verticalmente em um porta-amostras metálico confeccionado especialmente para este estudo e distribuídos de forma equidistante (Figura 16) para permitir a deposição homogênea dos filmes. Os orifícios do porta-amostras foram feitos sob medida para cada modelo de pilar de forma que o encaixe permitisse que os pilares ficassem posicionados verticalmente e que o filme abrangesse toda a área de ação das conexões.

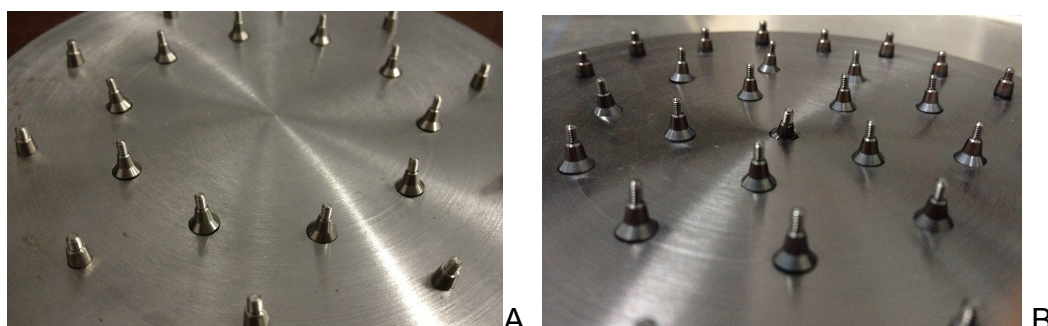


Figura 15 – a) Porta amostras metálico com os pilares antes da aplicação dos filmes; b) Porta amostras metálico com os pilares após a aplicação dos filmes.

#### 4.2.2.3 Confeção dos dispositivos de carregamento hemisférico

Os dispositivos de carregamento hemisférico foram usinados em aço inoxidável conforme os parâmetros descritos na norma

ISO 14801:2007. A usinagem das peças foi realizada na A.S. Technology Comp. Esp. Ltda., São José dos Campos, Brasil. Os dispositivos foram projetados e usinados, sob medida, para cada modelo de pilar utilizado de forma a ficarem perfeitamente acoplados sobre os pilares, não permitindo movimentação (Figura 16).

O formato hemisférico do dispositivo de carregamento permite que a carga seja aplicada em um único ponto de área igual em todas as amostras evitando, assim, a concentração desigual das forças bem como a deformação prematura das amostras.

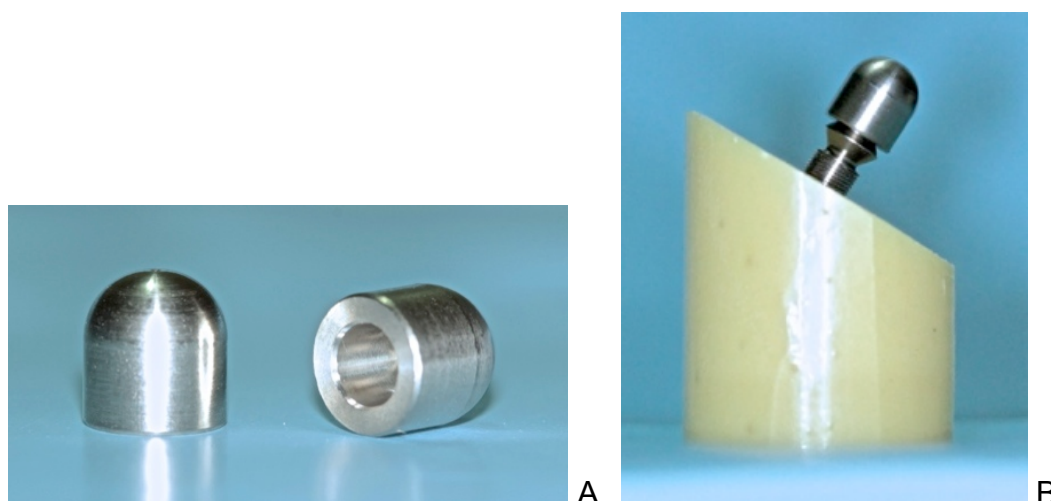


Figura 16 – A) Imagem do dispositivo de carregamento hemisférico; B) Imagem da montagem do dispositivo de carregamento conforme especificações da norma ISO 14801:2007.

#### 4.2.2.4 Confeção dos blocos de poliuretano

Os blocos foram confeccionados de forma a atender as especificações contidas na norma ISO 14801:2007 como ilustra a Figura 17:

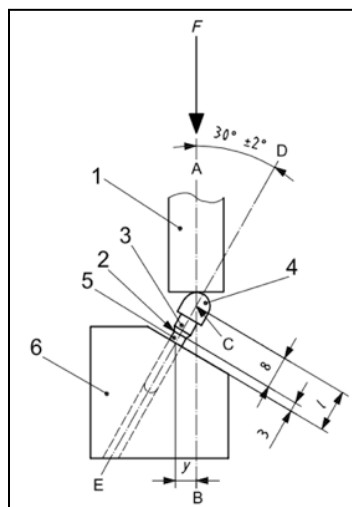


Figura 17 – Desenho esquemático das condições e dispositivos para ciclagem mecânica: 1: célula de carga; 2: nível ósseo nominal; 3: pilar protético; 4: dispositivo de carregamento hemisférico; 5: corpo do implante; 6: bloco de fixação; F: força aplicada; C) centro da carga;  $\gamma$ : braço do momento; l: distância do centro da carga;

A norma prevê uma base de fixação da amostra com a face inclinada em  $30^\circ$  e módulo de elasticidade igual ou superior a 3 GPa. Os implantes devem ficar posicionados de forma a ficarem expostos  $3,0 \pm 0,5$  mm.

Nesta fase, foram incluídas dezoito amostras adicionais, sendo três para cada grupo, que passaram pelo processo de ciclagem mecânica, porém não foram submetidas à análise de destorque. Estas amostras foram utilizadas somente para análise morfológica na Etapa 3.

Resina de poliuretano (F16, AXSON, Brasil), com módulo de elasticidade igual a 3,6 GPa foi vertida no interior de tubos de polivinil. Após a polimerização total da resina, os tubos foram cortados de forma que ficassem com uma das faces com a inclinação de  $30^\circ$ . Os cortes foram feitos com uma serra policorte de bancada (Policorte F12, Ferrari, São Paulo, SP). Os tubos de polivinil, preenchidos com resina de poliuretano, foram posicionados sobre um esquadro metálico de  $30^\circ$  fixado à base da serra policorte. A cada corte em  $30^\circ$  a barra era

reposicionada perpendicularmente à serra para que fosse feito o corte da base dos blocos (Figura 18).

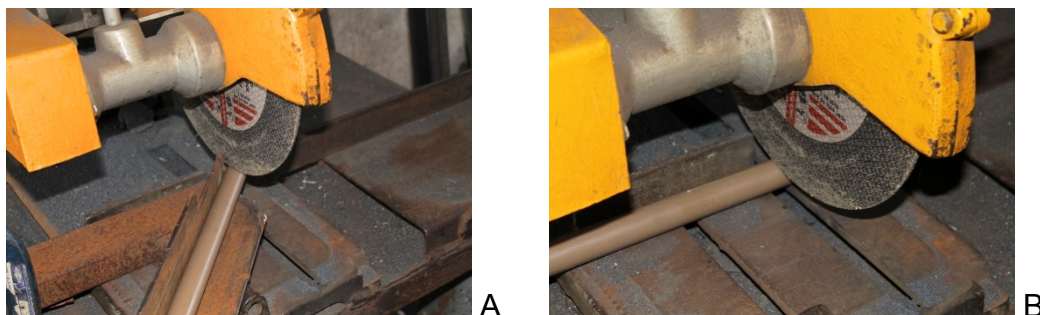


Figura 18 - A) tubo de polivinil posicionado sobre esquadro metálico de 30°; B) tubo de polivinil posicionado perpendicularmente à serra policorte para corte.

Finalizados os cortes, os blocos em poliuretano foram posicionados sobre matriz metálica usinada com a face inclinada em 30° (Figura 19) para que fosse possível realizar as perfurações de forma precisa e perpendicular a face de 30° do bloco de poliuretano.

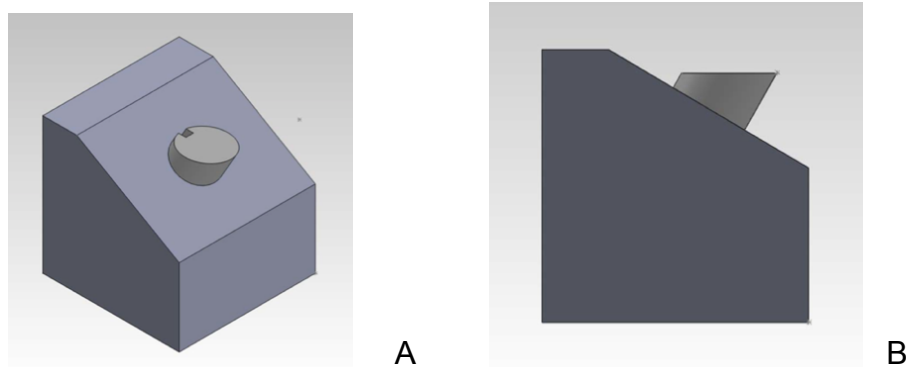


Figura 19 – A) esquema do bloco de poliuretano posicionado no interior da matriz metálica; B) esquema da nova posição do bloco de poliuretano permitindo a perfuração de forma perpendicular à face de 30°.

A matriz metálica foi, então, fixada à base de uma furadeira de bancada (Figura 20). As perfurações foram realizadas com uma broca de  $\varnothing 3,7$  e profundidade de 10 mm.



Figura 20 – Realização das perfurações do bloco de poliuretano posicionado no interior da matriz metálica fixada à base da furadeira de bancada.

#### 4.2.2.5 Instalação dos implantes

Para a instalação dos implantes e pilares, os blocos de poliuretano foram posicionados na matriz metálica utilizada durante a sua perfuração. A matriz foi fixada com auxílio de uma morsa para que não sofresse movimentação. Os implantes foram instalados de forma que a plataforma ficasse localizada a  $3,0 \pm 0,5$  mm acima da superfície do bloco de fixação conforme especificação da norma ISO 14801:2007. A instalação foi realizada com auxílio de chaves específicas para os implantes utilizados (cód. CMSWA e 612.305, Titaniumfix, São José dos Campos, Brasil) e com torquímetro (Figura 21). Para garantir a altura da instalação, utilizou-se paquímetro digital (Digimess, Nikeypar) (Figura 22).

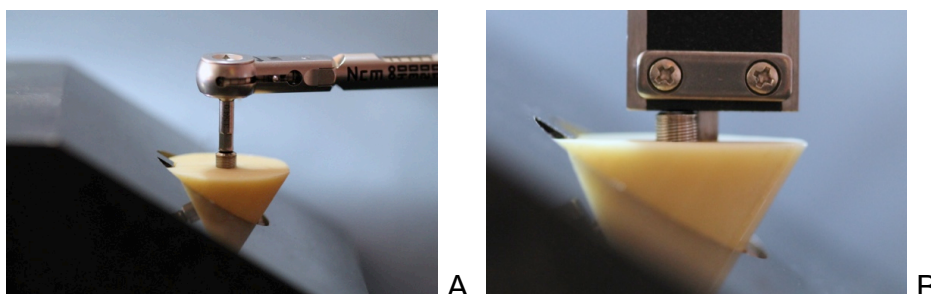


Figura 21 – A) Implante sendo instalado com torquímetro manual; B) Confirmação da altura da instalação com paquímetro digital.

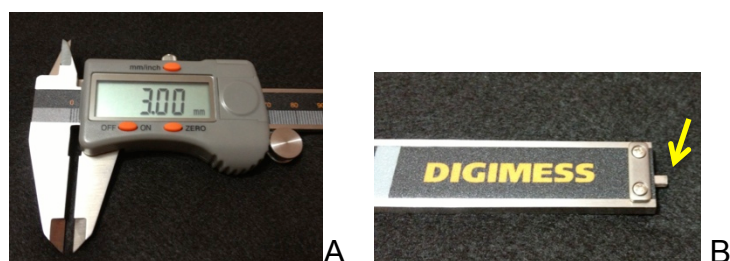


Figura 22 – A) Visor digital do paquímetro indicando a medida de 3 mm para instalação dos implantes; B) Porção do torquímetro utilizada para aferição da medida de 3 mm (seta).

Os pilares foram, então, instalados com chave para torquímetro, específica para instalação e remoção dos pilares protéticos utilizados (cód. CMDTAC, Titaniumfix, São José dos Campos, Brasil) e o torque de aperto foi aplicado com torquímetro digital (TQ-680, Instrutherm, São Paulo, Brasil) e precisão de 0,01 Ncm (Figura 23) conforme as instruções do fabricante (32 Ncm para pilar Sólido e 20 Ncm para o pilar Direto). Dez minutos após, realizou-se novo aperto com o mesmo valor de torque. Após o torque de aperto, os dispositivos de carregamento hemisférico foram posicionados sobre os pilares.

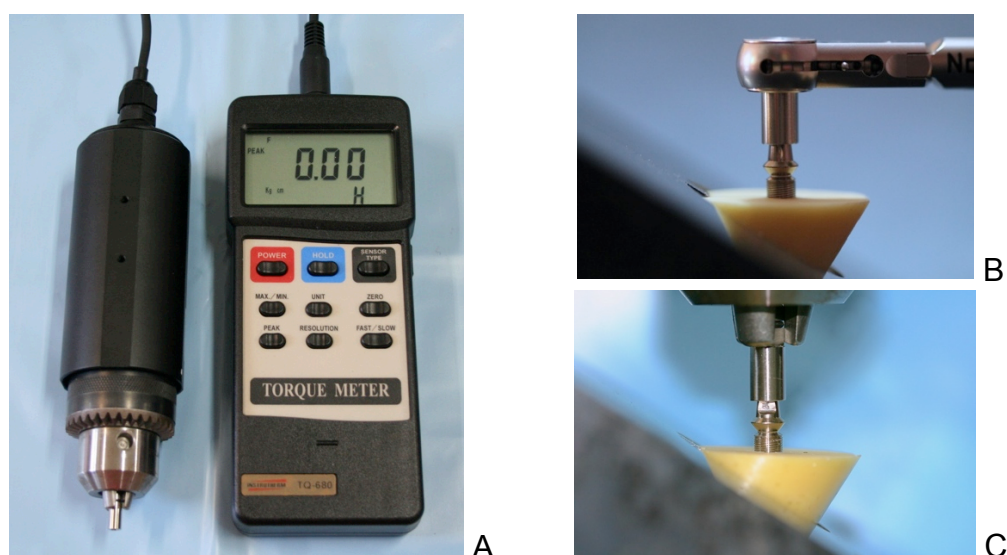


Figura 23 – A) Torquímetro digital utilizado; B) Instalação dos pilares com torquímetro manual; C) Aplicação do torque de aperto com torquímetro digital.

#### 4.2.2.6 Fixação das amostras e aplicação de carga (Ciclagem Mecânica)

Os conjuntos foram fixados aos dispositivos rígidos de fixação da cicladora mecânica (Simulador de Fadiga Mecânica ER-11000 Plus, Erios, São Paulo, SP) (Figura 24 e 25).

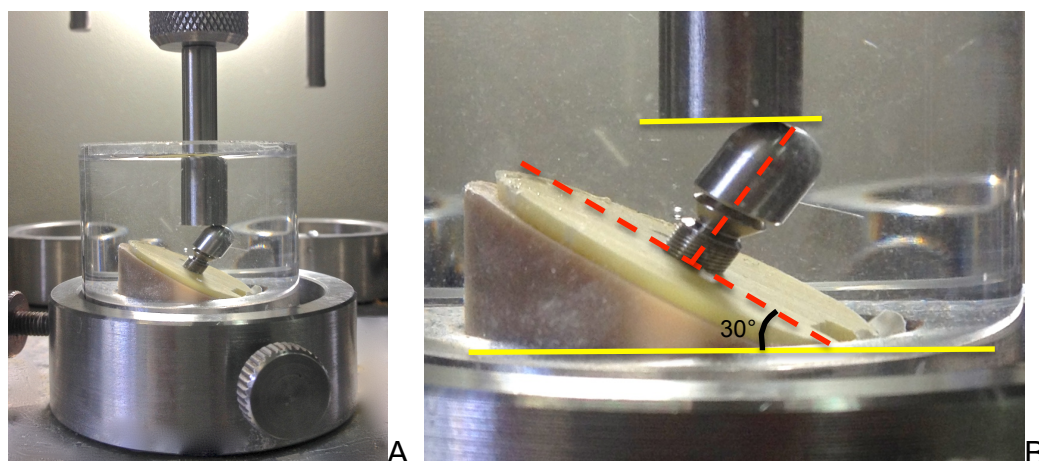


Figura 24 – A) Conjunto fixado ao dispositivo rígido de fixação da cicladora mecânica; B) Esquema de montagem da amostra na cicladora conforme a norma ISO 14801.

A cicladora mecânica utilizada conta com dez estações de trabalho que funcionam simultaneamente. A ciclagem mecânica foi conduzida a uma frequência de 2 Hz por  $2 \times 10^6$  ciclos com as amostras imersas em água destilada, simulando, aproximadamente, dois anos e meio de função mastigatória (Rosentritt et al., 2006). A frequência e o número de ciclos adotados seguiram um dos parâmetros descritos na norma ISO 14801:2007. A norma prevê dois parâmetros de ensaios:  $\leq 2$  Hz (úmido;  $2 \times 10^6$  ciclos) e 15 Hz (seco;  $5 \times 10^6$  ciclos). A literatura é consistente em dizer que a frequência mastigatória de um indivíduo adulto é igual ou menor de 2 Hz. Lee et al. (2009b) e Karl e Kelly (2009)

testaram e avaliaram a norma ISO 14801 em todos os seus parâmetros e recomendaram, ao final dos resultados, que os testes com implantes deveriam ser realizados a uma frequência de  $\leq 2$  Hz seguindo os demais parâmetros da norma para simular acúmulo de danos clinicamente realísticos. A carga aplicada foi de 120 Ncm, que equivale a uma carga mastigatória fisiológica média (Richter, 1995). A ponta utilizada para aplicação da carga apresentava extremidade plana que permitiu um ponto de contato estável sobre o dispositivo de carregamento hemisférico que também é especificada pela norma ISO 14801:2007.



Figura 25 – A) Simulador de Fadiga Mecânica (Erios) utilizada; B) Conjuntos fixados ao dispositivo rígido de fixação da cicladora mecânica.



#### 4.2.2.7 Mensuração dos valores de contra-torque dos pilares

Finalizados os ciclos, as amostras foram removidas da cicladora, novamente posicionados sobre a matriz metálica de 30° e esta foi estabilizada por meio de um dispositivo de apreensão rígido. O contratorque dos parafusos foi realizado com chave para torquímetro específica para instalação e remoção dos pilares protéticos utilizados (cód. CMDTAC, Titaniumfix, São José dos Campos, Brasil) acoplada ao torquímetro digital (TQ-680, Instrutherm, São Paulo, Brasil) previamente calibrado. Os valores de destorque obtidos foram registrados.

#### 4.2.3 Etapa 3

##### 4.2.3.1 Análise Morfológica da adaptação dos pilares

Um total de trinta e seis amostras, sendo dezoito amostras cicladas (três de cada grupo) e dezoito amostras não cicladas foram cortadas no seu sentido longitudinal para análise em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (Figura 26).

Foram verificadas as deformações geradas tanto nas roscas dos parafusos dos pilares, quanto nas roscas internas dos implantes. Análises da adaptação dos pilares no interior dos implantes também foram realizadas.

Os implantes com seus respectivos pilares fixados foram cortados em seu longo eixo até que o parafuso de fixação do pilar fosse exposto. Os cortes foram realizados em Centro de Usinagem (Discovery

4022, ROMI, Brasil) localizado na Titaniumfix (A.S. Technology, São José dos Campos, SP, Brasil). Em seguida foram lixados em lixadeira automática Politriz com discos de lixa d'água de granulometria 400, 600, 800, e 1200.

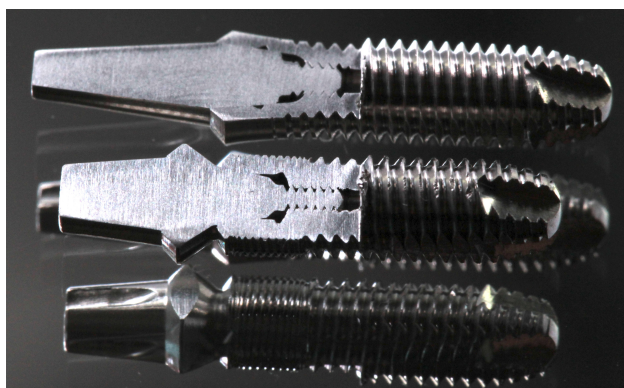


Figura 26 – Implantes de conicidade de 11° (abaixo) e de 8° (acima) após corte e polimento com lixas d'água.

Finalizado o polimento, os implantes foram escovados com escova de nylon, seguido de jato de ar comprimido para remoção de restos de usinagem e poeira oriundos do lixamento. Em seguida, foram imersos em álcool absoluto, lavados em cuba ultrassônica por 5 minutos e deixados para secar ao ar.

#### 4.3.4 Análises estatísticas

A análise dos dados foi realizada em duas fases. A primeira fase considerou como variável em análise a diferença real expressa em Ncm, de acordo com a equação abaixo:

$$\text{Diferença Real (Ncm)} = \text{Torque de inserção (Ti)} - \text{Torque reverso (Tr)}$$

A segunda fase teve como variável em análise a diferença relativa expressa em porcentagem, conforme equação a seguir:

$$\text{Diferença Relativa (\%)} = Ti - Tr / Ti$$

Os dados tiveram representação gráfica por meio de gráfico de colunas e *boxplot* e para isso foi utilizado o software de análise estatística Prism (GraphPad Software v. 6.00, 2013, La Jolla, California, USA).

Devido aos elevados valores de desvio padrão entre os grupos, optou-se por testes não paramétricos (Kruskal-Wallis e Mann-Whitney) tanto para os resultados de diferença real quanto para os resultados de diferença relativa.

O teste de Kruskal-Wallis foi utilizado para comparar os três tipos de tratamento (controle; DLC e AgDLC) nas conicidades de 8° e 11°. O teste de Dunn-Bonferroni ( $p < 0,05$ ) foi aplicado para comparações múltiplas dos resultados.

O teste de Mann-Whitney foi utilizado para comparar entre as duas conicidades (8° e 11°) nos três tipos de tratamento (controle; DLC e AgDLC).

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Etapa 1

#### 5.1.1 Teste de Esclerometria

As Figuras 27 e 28 mostram os valores do teste Esclerometria das amostras de DLC e AgDLC em relação ao coeficiente de atrito e em função do tempo. No início do gráfico nota-se o baixo coeficiente de atrito que é referente ao filme. O aumento repentino do coeficiente de atrito indica que houve uma delaminação do filme. Após esta delaminação, o sensor passa a captar o coeficiente de atrito do substrato, que é mais alto.

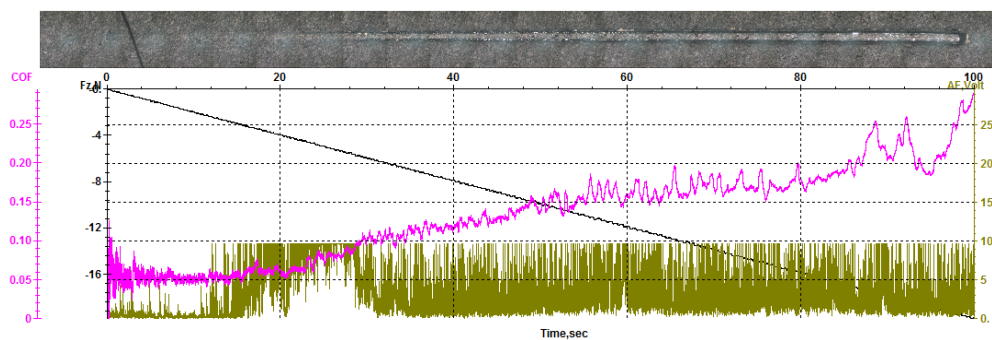


Figura 27 – Gráfico do teste de Esclerometria do filme DLC. A linha rosa refere-se ao coeficiente de atrito em função do tempo e da carga aplicada (linha preta). A imagem acima do gráfico refere-se ao risco, propriamente dito, durante toda a duração do teste.

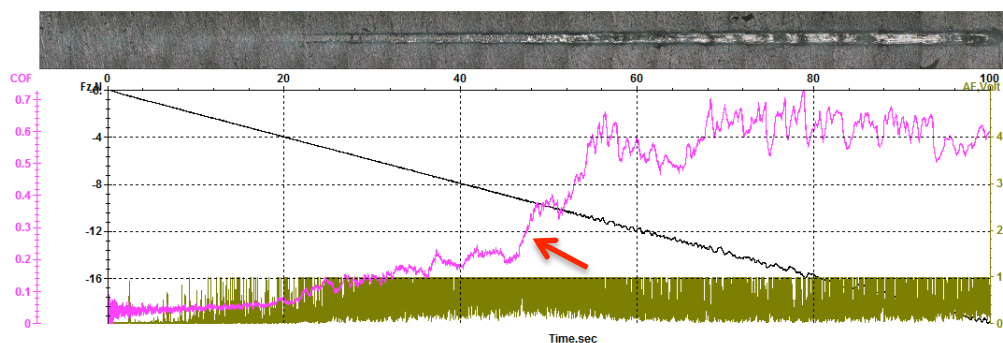


Figura 28 – Gráfico do teste de Esclerometria do filme AgDLC. A linha rosa refere-se ao coeficiente de atrito em função do tempo e da carga aplicada (linha preta). A imagem acima do gráfico refere-se ao risco, propriamente dito, durante toda a duração do teste. A seta indica o momento em que ocorre o arrancamento do filme.

A Tabela 1 mostra o resultado do teste de Esclerometria das amostras de DLC e AgDLC. Os valores de  $LC_1$  referem-se a carga aplicada no momento da primeira trinca e  $LC_2$  no momento onde ocorre a primeira exposição do substrato.

Tabela 1 – Valores do teste de Esclerometria para os filmes de DLC e AgDLC no momento da primeira trinca ( $LC_1$ ) e no momento da primeira delaminação ( $LC_2$ )

DLC			AgDLC		
$LC_1$ (N)	$LC_2$ (N)	Arrancamento	$LC_1$ (N)	$LC_2$ (N)	Arrancamento
-5,8	-5,8	NÃO	-4,5	-5,5	NÃO
-4,2	-6,0	NÃO	-4,6	-5,0	NÃO
-4,7	-5,8	NÃO	-4,7	-6,1	9,7 N.

Os resultados mostram que, durante o teste, o filme se manteve aderido no interior de toda a trilha, sendo arrancado somente em uma amostra do grupo AgDLC a partir de 9,7 N. A Figura 29 refere-se a imagem gerada durante o teste e revela uma saturação do filme em formato de concha, sugerindo uma boa aderência ao substrato.

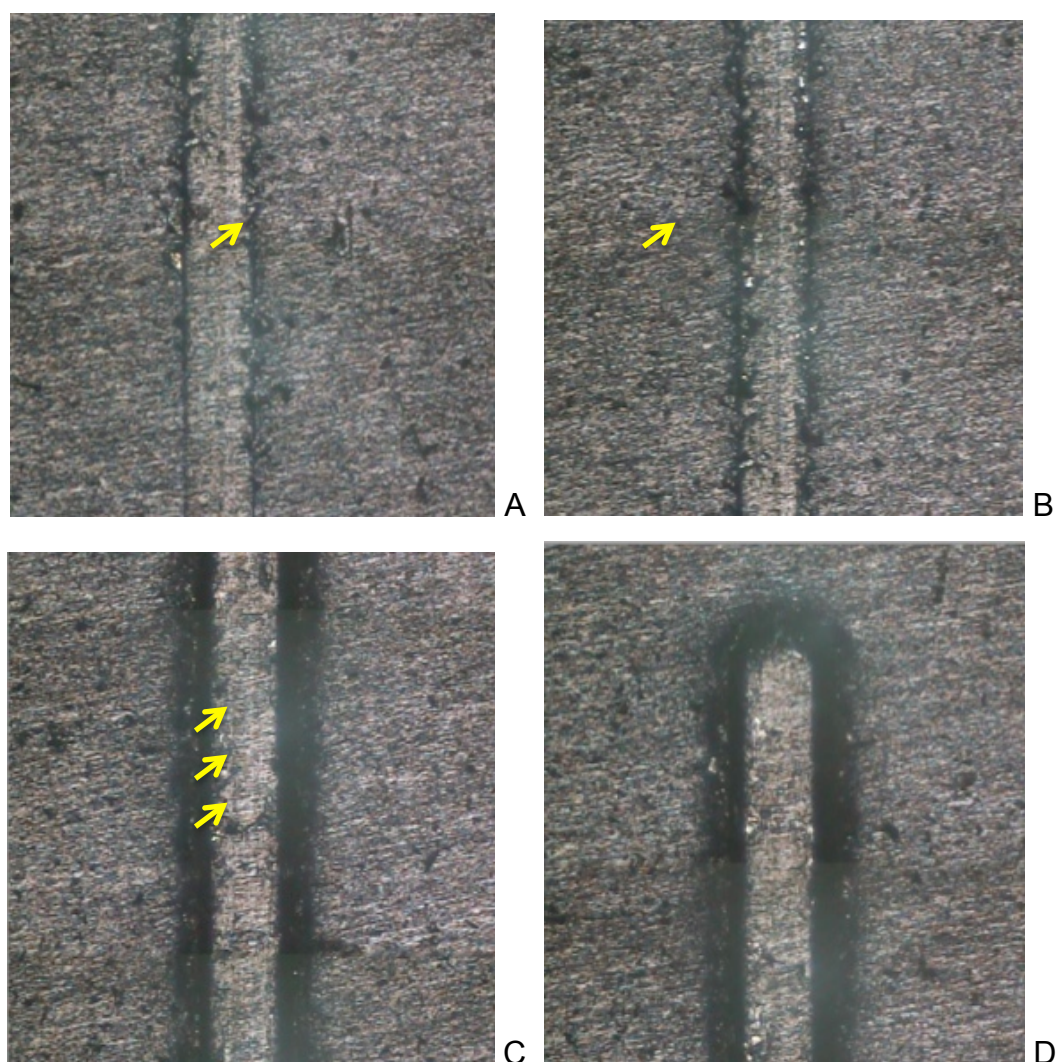


Figura 29 – Imagem gerada durante o teste de Esclerometria mostrando o filme aderido durante toda a trilha. A setas indicam: A) 1ª trinca; B) 1ª delaminação; C) áreas de saturação em formato de concha; D) final do teste.

A análise dos resultados foi baseada na imagem obtida pois não foi possível detectar as trincas utilizando a emissão acústica. Uma explicação possível para o ocorrido é a de que o ruído gerado pela rugosidade da amostra gerou interferências acústicas impedindo que as trincas fossem detectadas pela emissão acústica.

### 5.1.2 Coeficiente de atrito

A Figura 30 mostra um gráfico das relações entre o coeficiente de atrito (COF) em função do tempo dos diferentes substratos testados: Titânio, DLC e AgDLC. O substrato mostrou um maior coeficiente de atrito ( $0,46 \pm 0,14$ ), seguido dos filmes de DLC ( $0,15 \pm 0,2$ ) e AgDLC ( $0,12 \pm 0,2$ ).

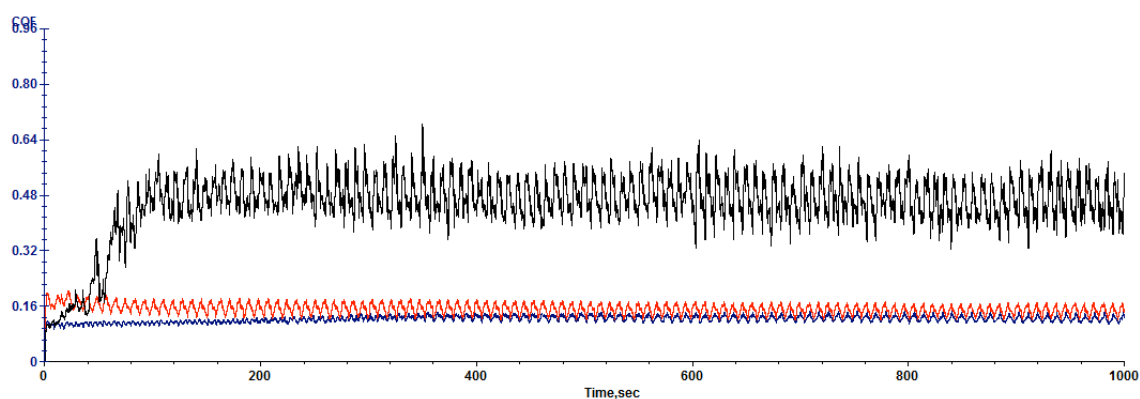


Figura 30 – Gráfico das relações entre os coeficientes de atrito do titânio (preto), DLC (vermelho) e AgDLC (azul).

### 5.1.3 Medida da rugosidade (Ra) dos filmes de DLC por perfilometria óptica

A rugosidade (Ra), tanto do substrato quanto dos filmes de DLC e AgDLC, foi realizada por meio de perfilometria óptica. Ra representa a média entre os valores dos picos e vales presentes na área testada. Foram realizadas cinco medidas, em pontos aleatórios, por amostra. Os resultados descritos na Tabela 2 representam a média dos valores de Ra obtidos.

Tabela 2 – Valores médios de Ra dos filmes de DLC em substratos planos

Amostra	Ra ( $\mu\text{m}$ )	DP
Ti	403,7	17,3
DLC	386,2	66,7
AgDLC	284,5	8,6

A Figura 31 mostra imagens representativas tridimensionais da topografia das superfícies analisadas em perfilometria óptica, onde o topo é representado pela cor vermelha e o vale pela cor azul. Pelas imagens verifica-se uma maior rugosidade no substrato, identificado pela presença de mais picos vermelhos e vales azuis. Há uma redução desta rugosidade nas amostras com DLC onde não se nota picos vermelhos, seguida do AgDLC, que mostrou a menor rugosidade, que pode ser identificada pela menor quantidade de vales azuis.

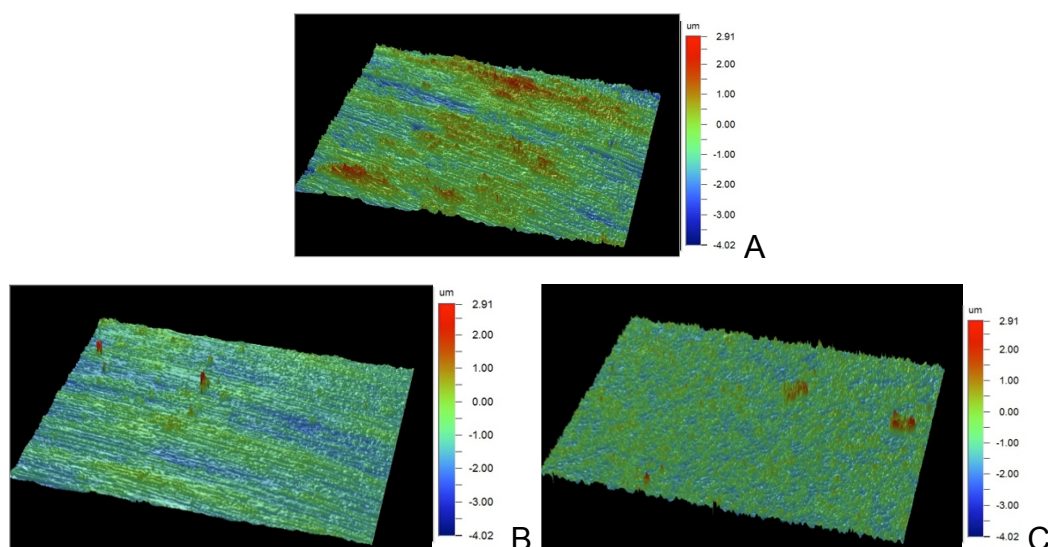


Figura 31 – Imagem 3D da topografia de superfície em perfilometria óptica: A) do substrato; B) do filme de DLC; C) do filme de AgDLC.



Uma vez que a rugosidade média (Ra) das amostras planas do substrato, filme de DLC e AgDLC, foi relativamente alta, optamos por realizar as mesmas análises diretamente na área do cone dos pilares para verificar se a rugosidade dos discos correspondia a rugosidade dos pilares. Novamente, foram realizadas cinco medidas, em pontos aleatórios, por amostra. Os resultados de Ra para os cones dos pilares mostraram valores bem inferiores aos encontrados nos discos. Isto demonstra que a rugosidade dos discos não corresponde à rugosidade dos pilares. A Tabela 3 mostra os valores de Ra encontrados nos pilares.

Tabela 3 – Valores médios de Ra dos filmes de DLC, AgDLC e dos substratos realizado diretamente no cone dos pilares

Tratamento	Cone 8 <sup>o</sup>		Cone 11 <sup>o</sup>	
	Ra (µm)	DP	Ra (µm)	DP
Ti	1,12	0,02	1,49	0,09
DLC	1,18	0,05	1,42	0,14
AgDLC	1,11	0,04	1,42	0,19

#### 5.1.4 Análise dos filmes de DLC por espectroscopia de espalhamento Raman

A razão entre as hibridizações  $sp^3$  e  $sp^2$  do carbono e o tamanho dos cristais presentes nos filmes são variações microestruturais que influenciam a posição, a largura e a intensidade das bandas G e D em um espectro Raman (Bonetti, 2008). A Figura 32 mostra os espectros Raman dos filmes de DLC e AgDLC. Os espectros de Raman revelam que a banda G é maior no filme de DLC, indicando que o filme AgDLC apresenta maior concentração de hibridizações  $sp^2$ . A incorporação de

prata causou uma modificação nas propriedades do filme de AgDLC, deixando o material com maior número de hibridizações do tipo  $sp^2$ . As bandas D não apresentaram mudanças significativas.

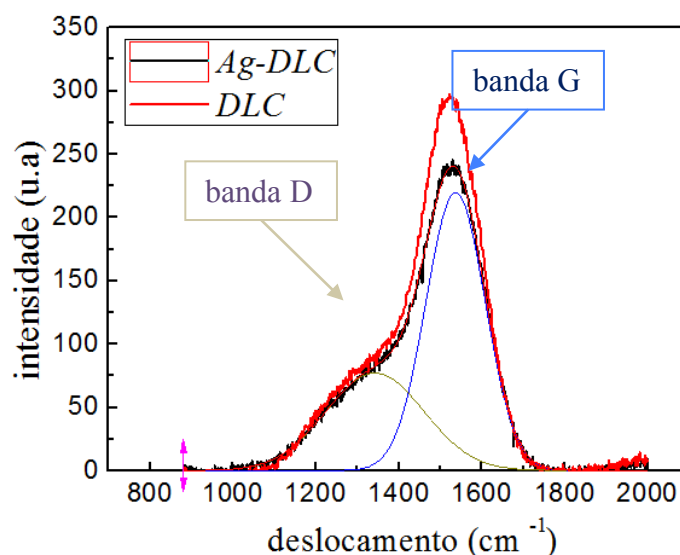


Figura 32 – Espectros Raman do filme de DLC e do filme de AgDLC. Pode-se notar a diferença entre as bandas G, indicando que a incorporação de prata alterou a microestrutura do AgDLC.

#### 5.1.5 Medida da espessura dos filmes de DLC por perfilometria

A espessura média do filme de DLC, medida por perfilômetro, foi de 1,58  $\mu\text{m}$ . A espessura média do filme de AgDLC foi de 2,91  $\mu\text{m}$  (Figura 33). Uma vez que o tempo de deposição foi o mesmo para os dois filmes, esta diferença na espessura provavelmente se explica pelo fato de que cada molécula de metano, gás precursor para o filme de DLC, possui apenas um átomo de carbono, enquanto que o hexano, gás precursor para o filme de AgDLC, possui seis átomos de carbono.

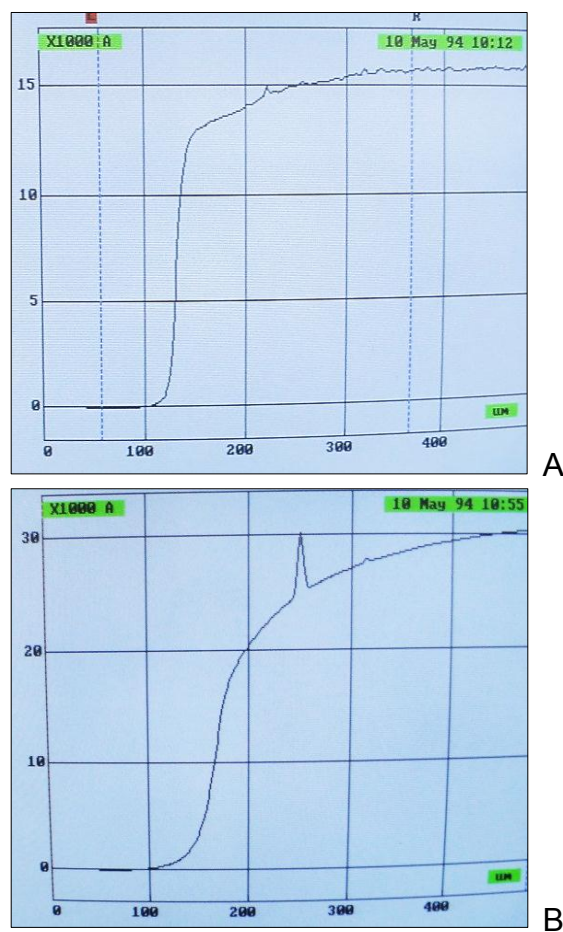


Figura 33 – Perfis da superfície de silício: A) com filme de DLC; B) com filme de AgDLC. À esquerda dos gráficos, o substrato sem filme; à direita, com filme.

### 5.1.6 EDS

A análise por EDS mostrou espectros que estão representados na Figura 34. A análise quantitativa mostrou um percentual atômico de 90,49% de C, 2,40% de Si, 7,07% de Ti e 0,5% de Ag, para o filme de AgDLC, e de 88,99% de C, 2,07% de Si, 8,94% de Ti para o filme de DLC.

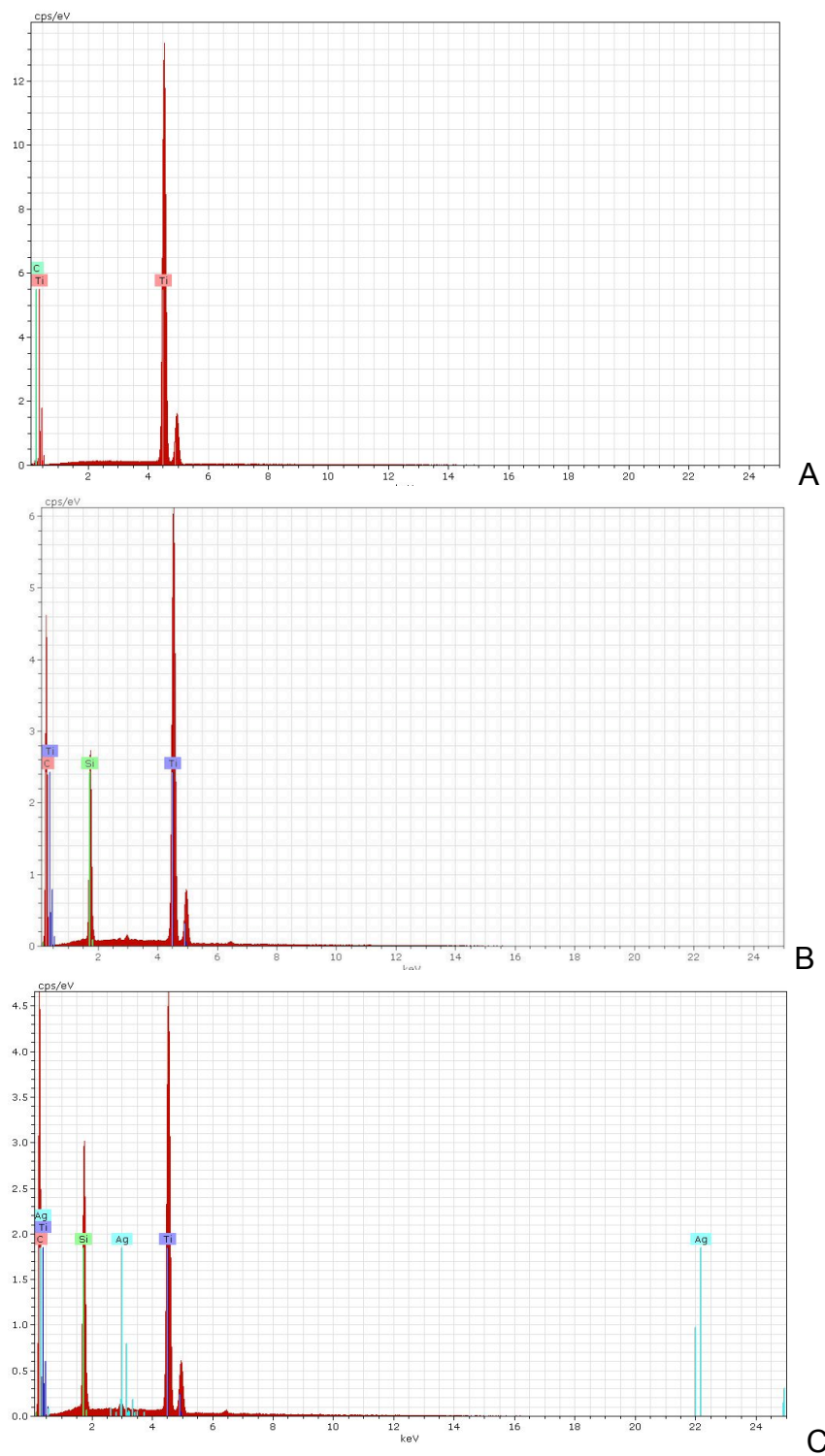


Figura 34 - Espectros de microanálise por EDS: A) substrato de Ti CP sem filme; B) filme de DLC; C) filme de AgDLC.

## 5.2 Etapa 2

### 5.2.1 Torque reverso

Os dados obtidos e os testes estatísticos realizados neste trabalho estão discriminados nos APÊNDICES A e B. Para avaliação dos resultados deste estudo optou-se por testes não paramétricos devido aos elevados valores de desvio padrão entre os grupos, tanto para os resultados de diferença real, expressos em Ncm, quanto para os resultados de diferença relativa, expressos em porcentagem (Tabela 4 e 5).

Tabela 4 – Diferença real (Ncm) entre os torques de instalação e remoção

	8°			11°		
	Média	DP	N	Média	DP	n
Controle	1,75	6,96	10	1,62	3,46	10
DLC	-2,27	4,33	10	4,23	1,20	10
AgDLC	1,77	1,66	10	3,13	0,54	10

Valores positivos indicam perda de torque; valores negativos indicam ganho de torque.

Tabela 5 – Diferença relativa (%) entre os torques de instalação e remoção

	8°			11°		
	Média	DP	N	Média	DP	N
Controle	5	21	10	8	17	10
DLC	-7	13	10	21	6	10
AgDLC	6	5	10	15	3	10

Valores positivos indicam perda de torque; valores negativos indicam ganho de torque.

### 5.2.1.1 Torque reverso – Comparação entre tratamentos (GC x DLC x AgDLC)

O teste de Kruskal-Wallis foi utilizado para comparação entre os três tipos de tratamento dentro de cada grau de conicidade tendo duas variáveis em análise: diferença real (Ncm) e diferença relativa (%).

O teste de Kruskal-Wallis (APÊNDICE B) indica que a distribuição de valores de destorque diferem estatisticamente tanto para diferença real ( $kw = 6,46$ ;  $p = 0,0396 < 0,05$ ) quanto para diferença relativa ( $kw = 6,43$ ;  $p = 0,0401 < 0,05$ ). Aplicando o teste de comparações múltiplas de Dunn-Bonferroni confirma-se a diferença estatística entre o grupo GC-8 (sem tratamento) e o grupo DLC (Tabela 6).

Tabela 6 – Teste de comparações múltiplas Dunn-Bonferron para a conicidade de 8°

Tratamento	Diferença Real (Ncm)		Diferença Relativa (%)	
	Mediana	Grupos Homogêneos	Mediana	Grupos Homogêneos
Controle	2,75	A	8,52	A
AgDLC	1,45	A B	4,52	A B
DLC	1,55	B	-4,81	B

Esta diferença estatística entre os tratamentos também se repete para a conicidade de 11°. O teste de Kruskal-Wallis (APÊNDICE B) para diferença real ( $kw = 12,76$ ;  $p = 0,0017 < 0,05$ ) e relativa ( $kw = 13,08$ ;  $p = 0,0014$ ) indica uma diferença estatística significativa entre o grupo GC-11 (controle) e o grupo com DLC, comprovada pelo teste de comparações múltiplas de Dunn-Bonferroni (Tabela 7).

Tabela 7 – Teste de comparações múltiplas Dunn-Bonferroni para a conicidade de 11°

Tratamento	Diferença Real (Ncm)		Diferença Relativa (%)	
	Mediana	Grupos Homogêneos	Mediana	Grupos Homogêneos
Controle	1,50	A	7,40	A
AgDLC	3,20	A B	15,65	A B
DLC	4,10	B	20,45	B

#### 5.2.1.2 Torque reverso – Comparação entre conicidades (8° x 11°)

Para comparação entre as duas conicidades (8° e 11°) em cada tipo de tratamento (controle; DLC e AgDLC), utilizou-se o teste de Mann-Whitney com duas variáveis em análise (diferença real e diferença relativa). Quando analisamos os resultados, verificamos que os grupos DLC-8 e DLC-11 apresentaram medianas de diferença real de 2,5 Ncm e 4,1 Ncm de perda de torque, respectivamente (Tabela 8). Os resultados para diferença relativa indicam um ganho percentual de -5% no torque de remoção do grupo DLC-8 e uma perda percentual de 20% no torque de remoção do grupo DLC-11 (Tabela 9). A análise dos resultados indica diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Já os grupos AgDLC tiveram diferença significativa somente para os valores de diferença relativas, onde o grupo AgDLC-8 obteve menor índice de perda de torque com um percentual de 5% contra 16% do grupo AgDLC-11 (Tabela 9).

Tabela 8 – Resultados do teste de Mann-Whitney (p-valor) para os valores de diferença real (Ncm)

	8°			11°			p-valor
	Mediana	Min.	Max.	Mediana	Min.	Max.	
Controle	2,75	-14,9	11,8	1,5	-3,2	9,8	0,45
DLC	2,5	-11,6	2,5	4,1	2,4	6,1	0,0001*
AgDLC	4,5	-0,3	4,5	3,2	2,3	4,2	0,08

\*p<0,05

A comparação gráfica entre as conicidades e relação dos tipos de tratamento está expressa na figura 35. A não sobreposição de caixas do grupo DLC sugere que há diferença estatística significativa entre as conicidades dentro deste tratamento.

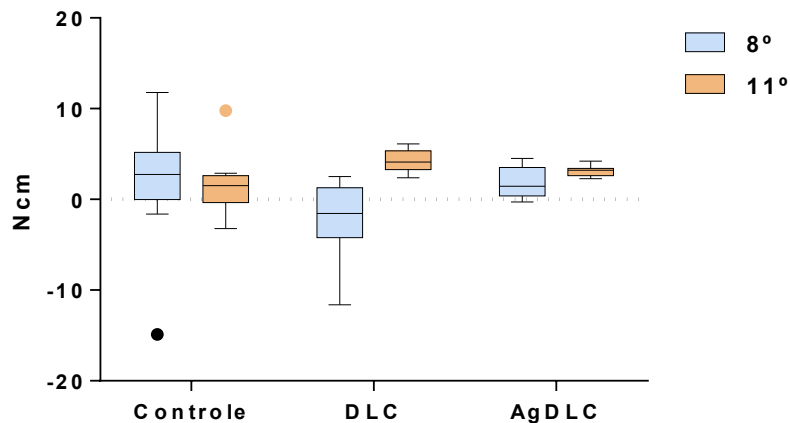


Figura 35 – *Boxplot* da diferença real (Ncm) dos valores de torque obtidos.

Pela representação gráfica ilustrada pela figura 36 percebe-se que o grupo DLC-8 foi o único a apresentar valor de diferença real negativo, sugerindo ganho de torque no momento da remoção.



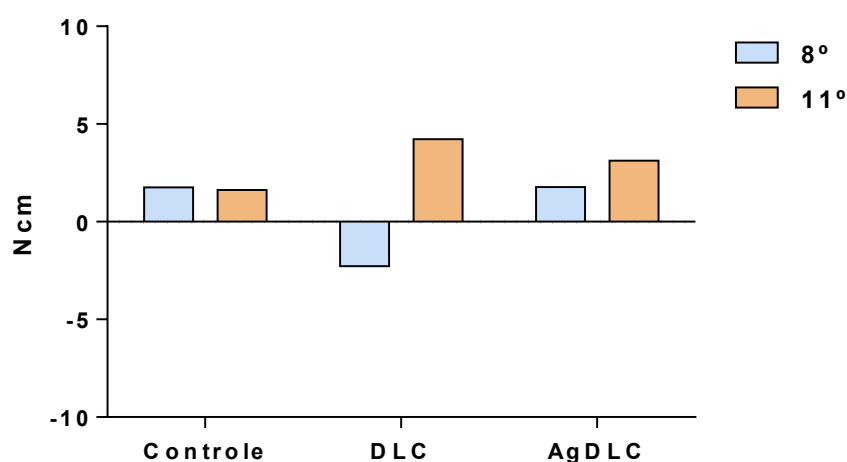


Figura 36 – Gráfico de colunas da média de diferença real (Ncm) dos valores de torque obtidos.

Tabela 9 – Resultados do teste de Mann-Whitney (p-valor) para os valores de diferença relativa (%)

	8°		11°			p-valor	
	Mediana	Min.	Max.	Mediana	Min.		Max.
Controle	9	-46	35	7	-16	49	0,81
DLC	-5	-36	8	20	12	30	0,0001*
AgDLC	5	-1	14	16	30	21	0,0001*

\*p<0,05

A seguir pode-se ver a representação gráfica da comparação entre as conicidades em cada tratamento (Figura 37). Novamente, pode-se sugerir que a não sobreposição de caixas para os grupos DLC e AgDLC sugere diferença estatística significativa entre as conicidades dentro de um mesmo tratamento. Os pontos dispersos representam valores discrepantes nos grupos Controle (GC-8 e GC-11).

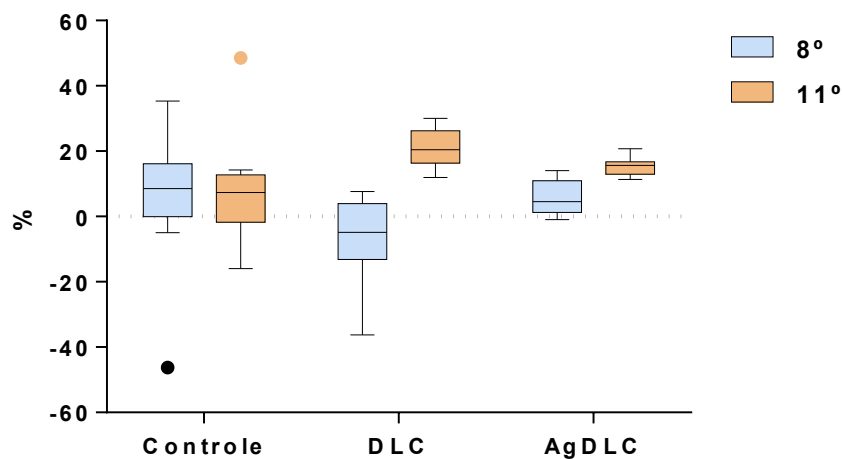


Figura 37 – *Boxplot* da diferença relativa (%) dos valores de torque obtidos.

A seguir percebe-se que apesar de haver diferença estatística entre as conicidades dentro de um mesmo tipo de tratamento, o grupo DLC-8 foi o único a apresentar um valor médio de diferença relativa negativo, sugerindo ganho de torque no momento da remoção (Figura 38).

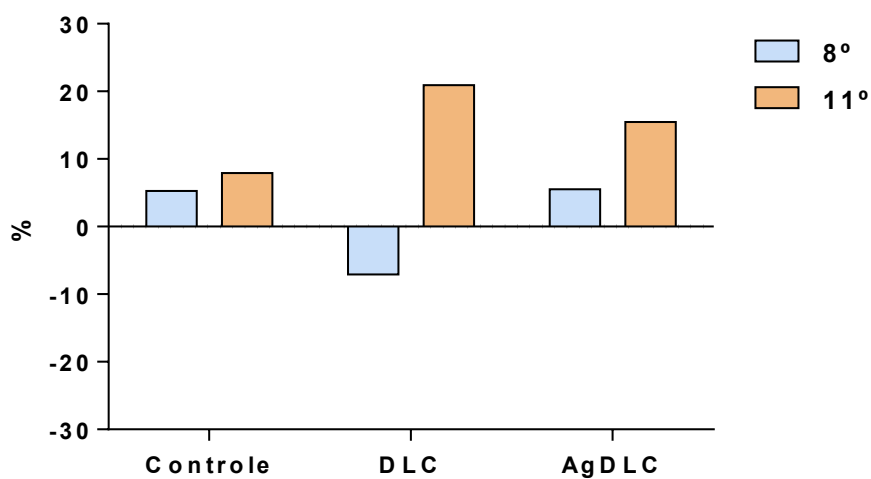


Figura 38 – Gráfico de coluna da diferença relativa média (%) dos valores de torque obtidos.

Se excluirmos os valores discrepantes do grupo GC-8 e GC-11, verifica-se que, pela análise de variância (ANOVA 2-fatores) (APENDICE B), o efeito interação foi significativo ( $F_{gl(2;52)} = 17,73$ ; p-valor =  $0,001 < 0,05$ ) e, pelo teste de comparações múltiplas de Tukey (5%), nota-se que o grupo DLC-8 apresentou um ganho de torque significativamente maior (-2,3Ncm; DP=1,20) em relação aos demais grupos (Tabela 10).

Tabela 10 – Teste de Tukey (5%) para a média das diferenças reais (Ncm)

<b>Grupo</b>	<b>n</b>	<b>Média (DP)</b>	<b>Grupos homogêneos</b>
GC-8	9	3,6 (2,05)	A
GC-11	9	0,7 (4,00)	A B
DLC-8	10	-2,3 (1,20)	B
DLC-11	10	4,2 (4,33)	A
AgDLC-8	10	1,8 (0,54)	A
AgDLC-11	10	3,1 (1,67)	A

Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa. Valores positivos indicam perda de torque; valores negativos indicam ganho de torque.

### 5.3 Etapa 3

#### 5.3.1 Análise Morfológica da adaptação dos pilares em MEV

Como descrito anteriormente, foram realizadas análises em microscopia eletrônica de varredura, antes e depois da ciclagem

mecânica, para verificar as deformações causadas ao parafuso e ao pilar durante o envelhecimento, bem como a adaptação do cone do pilar no interior do implante.

Foram feitas análises na área do cone dos pilares e também das roscas. A área dos cones foi analisada quanto a adaptação do pilar à parede do implante. A adaptação foi caracterizada pela presença ou não de uma micro fenda visível na interface. Esta análise foi de caráter qualitativo apenas para verificar se a presença dos filmes de DLC e AgDLC teve algum impacto visível na adaptação. Algumas tomadas foram inicialmente realizadas com o uso do detector *Large Field Detector* (LFD) e precisaram ser novamente realizadas com o detector *Back-scattered* (BSED) para que a interface pilar-implante pudesse ser localizada nas imagens.

#### 5.3.1.1 MEV da área dos cones - Grupos não ciclados

A figura 39 mostra a área da interface implante-pilar de espécimes dos grupos GC-8 e GC-11 e sugere uma ausência de fenda. Para se localizar a linha da interface, foi necessário um aumento de 1050x, uma vez que aumentos menores não permitiram qualquer diferenciação entre o pilar e o implante. A visualização da interface fica mais nítida quando troca-se o detector para *Back-Scattered* (BSED) devido à diferença de contraste.

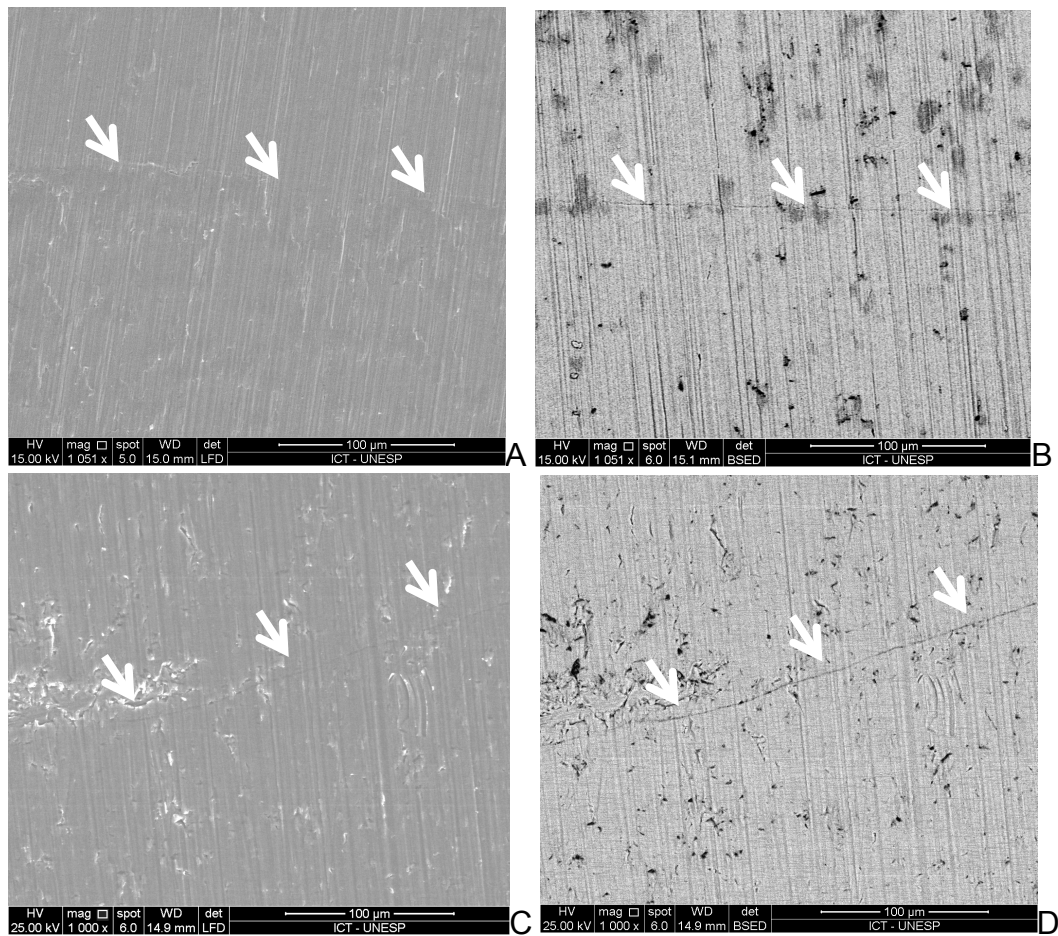


Figura 39 – Imagens das interfaces de união pilar-implante (setas) dos grupos controle tiradas com os detectores *Large Field Detector* (LFD) e *Back-Scattered* (BSED) em aumentos variando de 1000 a 1051x. A) grupo GC-8 (LFD); B) grupo GC-8 (BSED); C) grupo GC-11 (LFD); D) grupo GC-11 (BSED).

A figura 40 mostra a área da interface implante-pilar de espécimes dos grupos DLC-8 e DLC-11. As linhas da interface ficaram visíveis com aumentos de 140x para o grupo DLC-8 e de 240x para o grupo DLC-11. Com aumentos de 1000x a 1050x, a fenda fica mais evidente, sugerindo uma desadaptação dos pilares nestes grupos.

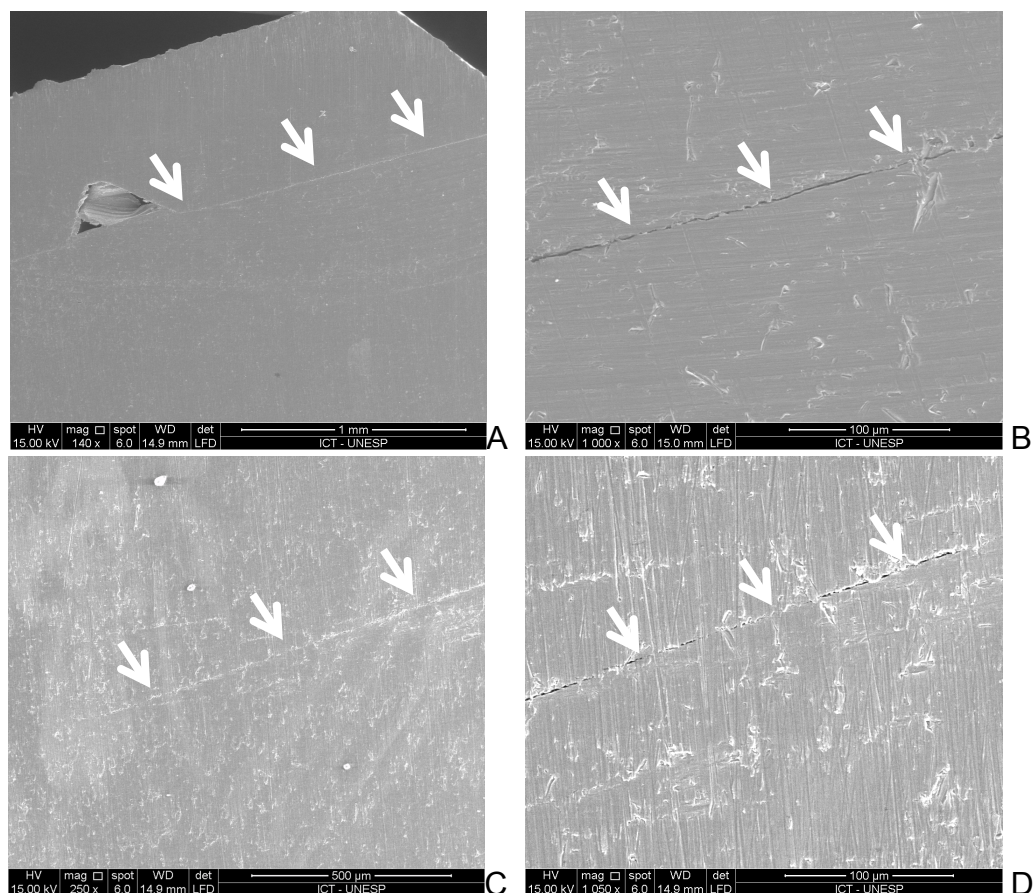


Figura 40 – Imagens das interfaces de união pilar-implante (setas) dos grupos DLC-8 E DLC-11 em aumentos variando de 140 a 1050x. A) grupo DLC-8 (140x); B) grupo DLC-8 (1000x); C) grupo DLC-11 (240x); D) grupo DLC-11 (1050x).

A figura 41 mostra a área da interface implante-pilar de espécimes dos grupos AgDLC-8 e AgDLC-11. Para o grupo AgDLC-8, foi necessária a mudança do detector para *Back-scattered*, quando foi possível notar uma diferença entre as superfícies do pilar e do implante na área da interface. A imagem sugere uma ausência de desadaptação das peças uma vez que não é possível notar a presença de fenda. Com aumento de 240x no detector *Large Field Detector* (LFD) as linhas da interface ficaram visíveis para o grupo AgDLC-11. Com aumento 1051x a fenda fica mais evidente sugerindo uma desadaptação dos pilares neste grupo.

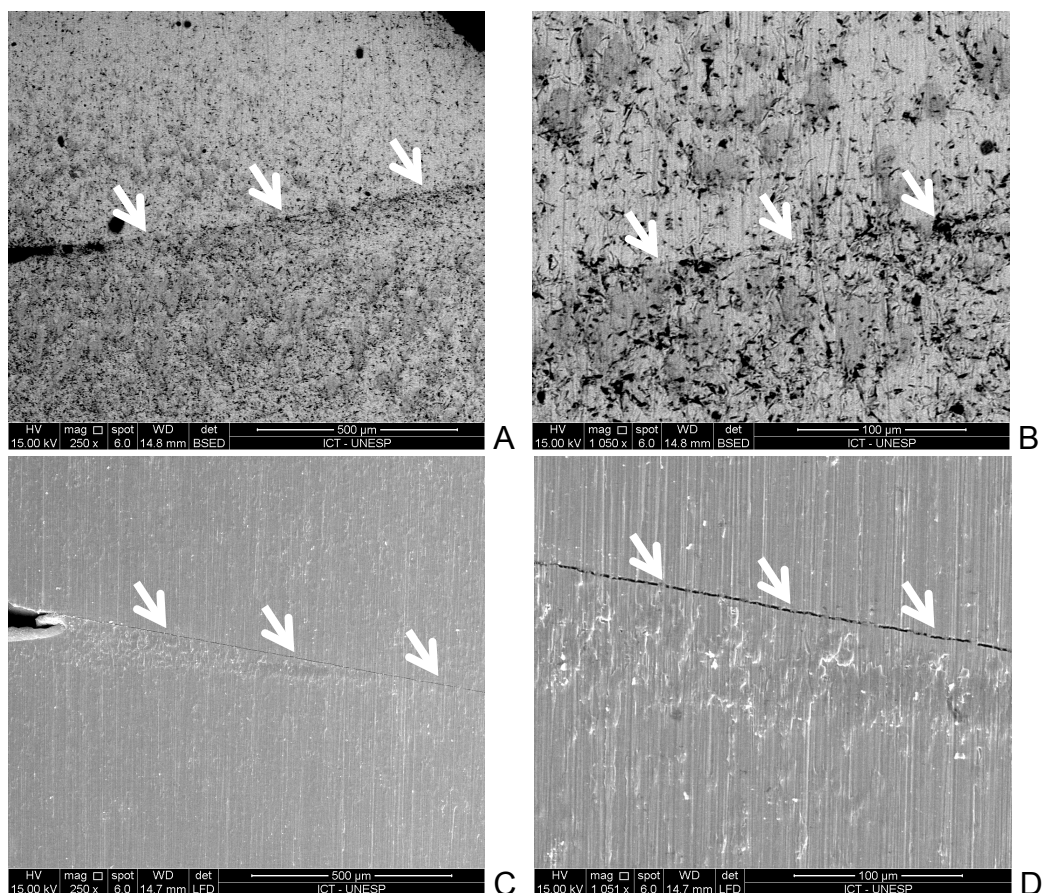


Figura 41 - Imagens das interfaces de união pilar-implante (setas) dos grupos AgDLC-8 e AgDLC-11 tiradas com os detectores *Large Field Detector* (LFD) e *Back-Scattered* (BSED) em aumentos variando de 250 a 1051x. A) grupo AgDLC-8 (250x) (BSED); B) grupo AgDLC-8 (1050x) (BSED); C) grupo AgDLC-11 (250x) (LFD); D) grupo AgDLC-11 (1051x) (LFD).

### 5.3.1.2 MEV da área dos cones - Grupos ciclados

A figura 42 mostra a área da interface implante-pilar de espécimes dos grupos GC-8 e GC-11 ciclados e sugere uma ausência de fenda. Para se localizar a linha da interface foi necessário um aumento de 1050x uma vez que aumentos menores não permitiram qualquer diferenciação entre o pilar e o implante. A visualização da interface fica mais nítida quando troca-se o detector para *Back-Scattered* (BSED) devido à diferença de contraste.

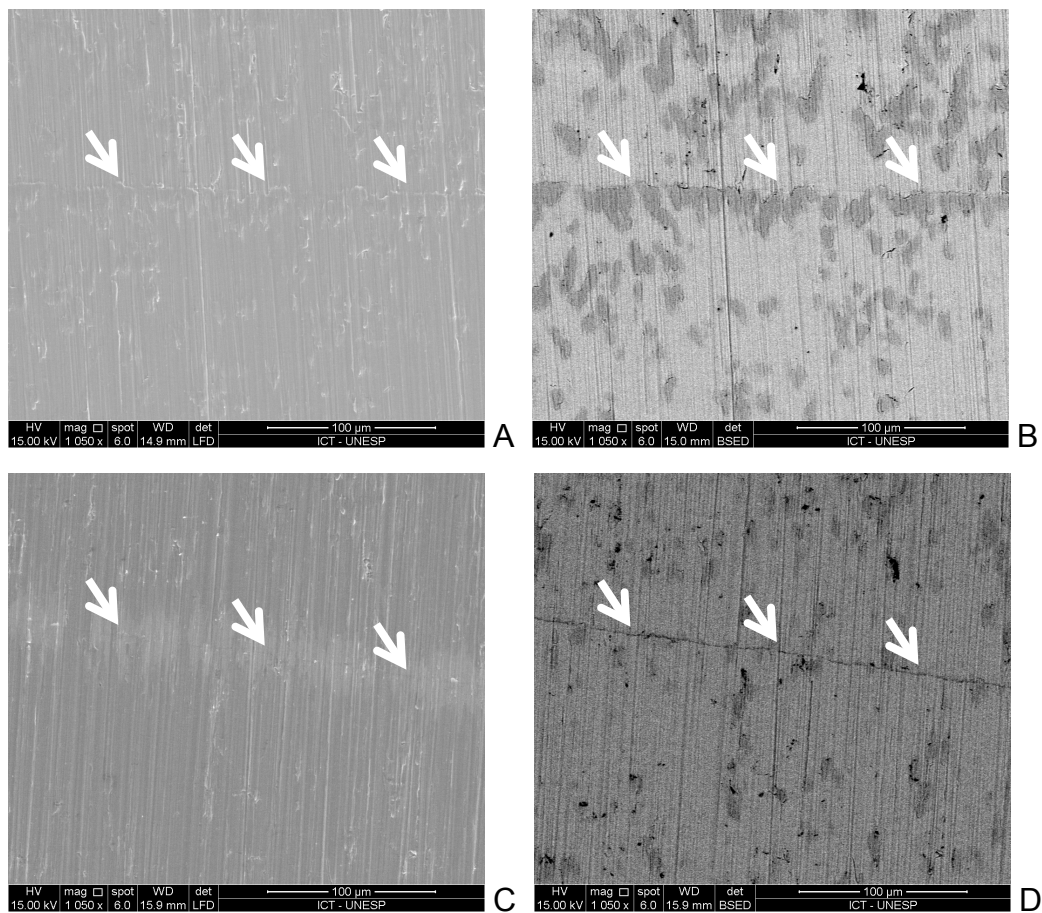


Figura 42 – Imagens das interfaces de união pilar-implante (setas) dos grupos controle ciclados tiradas com os detectores *Large Field Detector* (LFD) e *Back-Scattered* (BSED) em aumentos de 1050x. A) grupo GC-8 (LFD); B) grupo GC-8 (BSED); C) grupo GC-11 (LFD); D) grupo GC-11 (BSED).

A figura 43 mostra a área da interface implante-pilar de espécimes dos grupos DLC e AgDLC para os dois cones ( $8^\circ$  e  $11^\circ$ ) ciclados em aumento de 1050x onde é possível verificar a presença de uma fenda na interface. Esta fenda sugere uma desadaptação dos pilares nesta região.



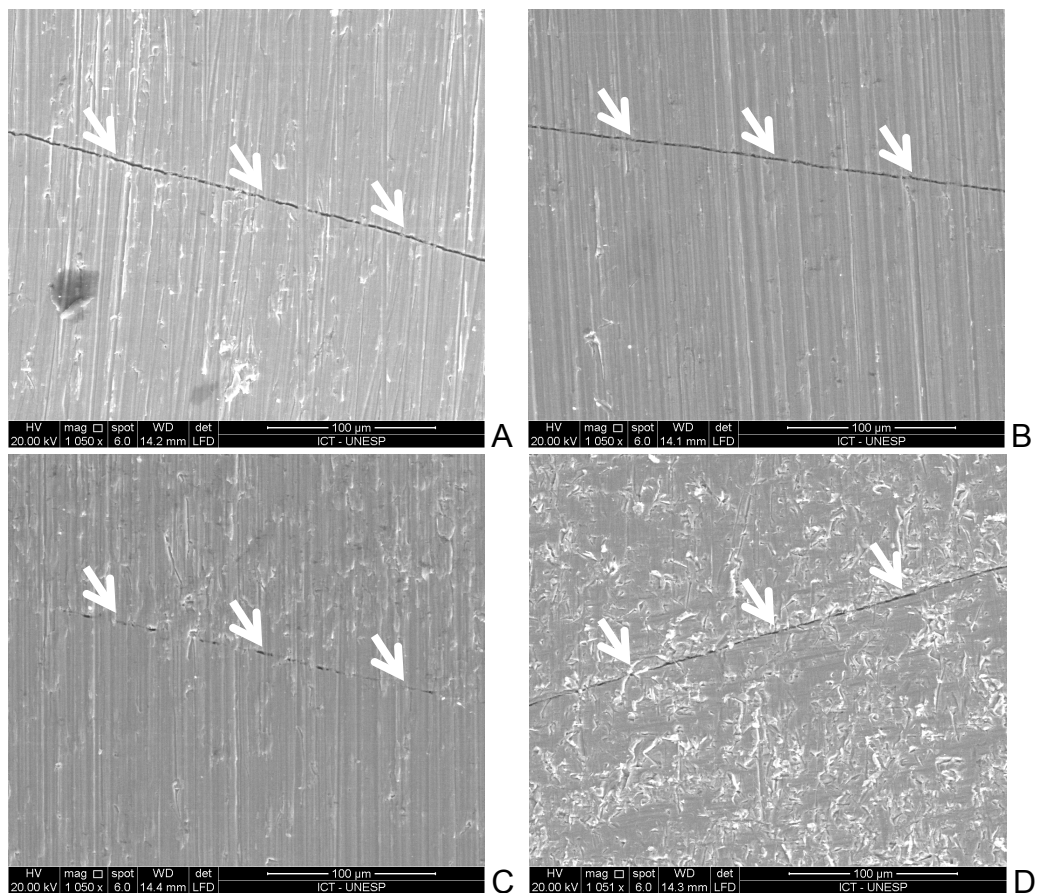


Figura 43 – Imagens das interfaces de união pilar-implante (setas) dos grupos DLC e AgDLC ciclados tiradas com os detectores *Large Field Detector* (LFD) em aumentos de 1050x. A) grupo DLC-8; B) grupo DLC-11; C) grupo AgDLC-8; D) grupo AgDLC-11.

### 5.3.1.3 MEV da área das roscas - Grupos não ciclados x ciclados

As figuras 44 e 45 a seguir mostram imagens em MEV das áreas das roscas dos pilares em aumentos de 90x antes e após a ciclagem mecânica. Em todos os grupos as imagens sugerem pouca ou nenhuma deformação e desadaptação das roscas no interior dos implantes após a ciclagem.

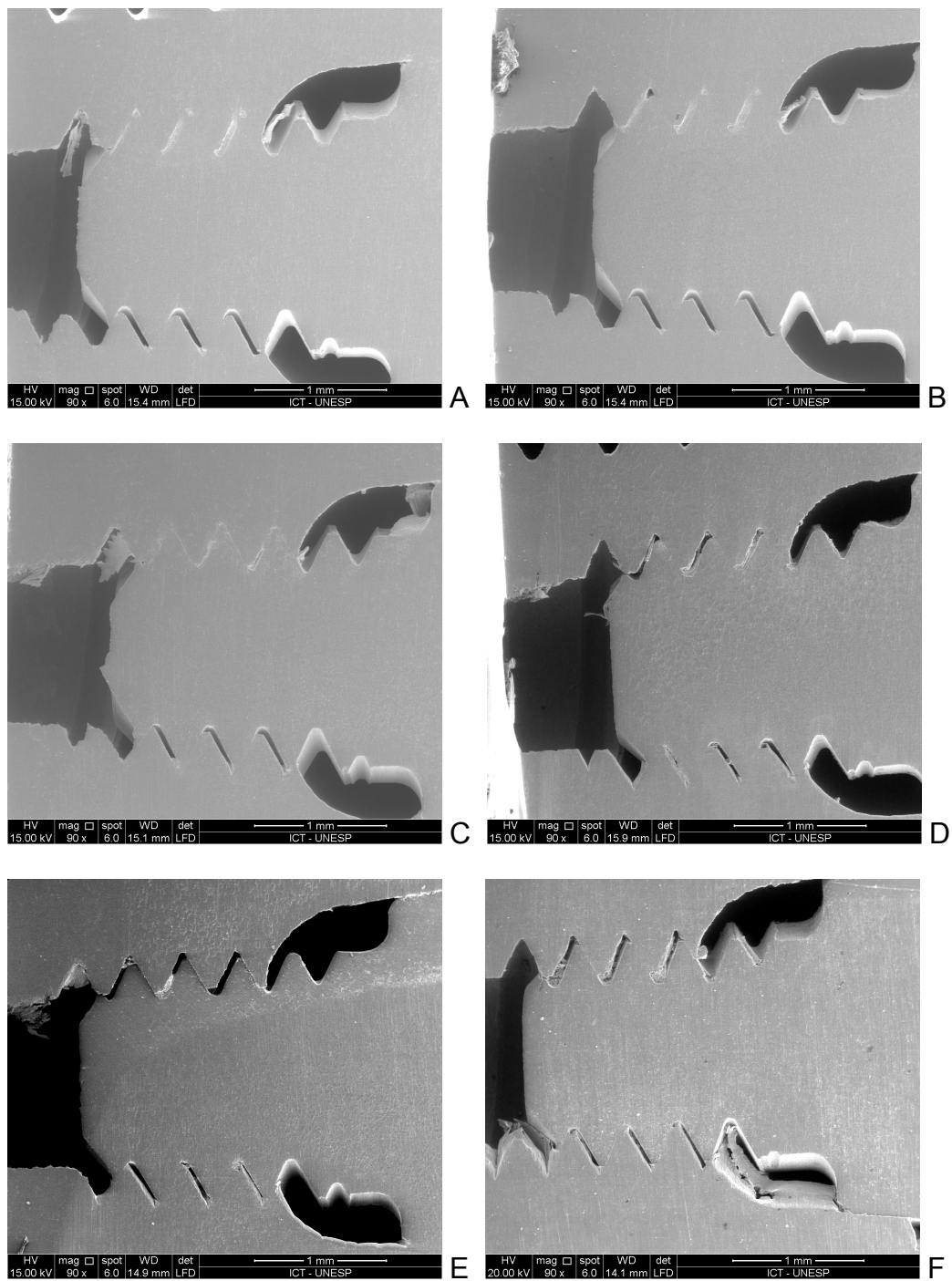


Figura 44 – Imagens das roscas dos grupos GC-8, DLC-8 e AgDLC-8 não ciclados (NC) e ciclados (C) tiradas com os detectores *Large Field Detector* (LFD) em aumentos de 90x. A) grupo GC-8 (NC) ; B) grupo GC-8 (C); C) grupo DLC-8 (NC); D) grupo DLC-8 (C); E) grupo AgDLC-8 (NC); F) grupo AgDLC-8 (C).

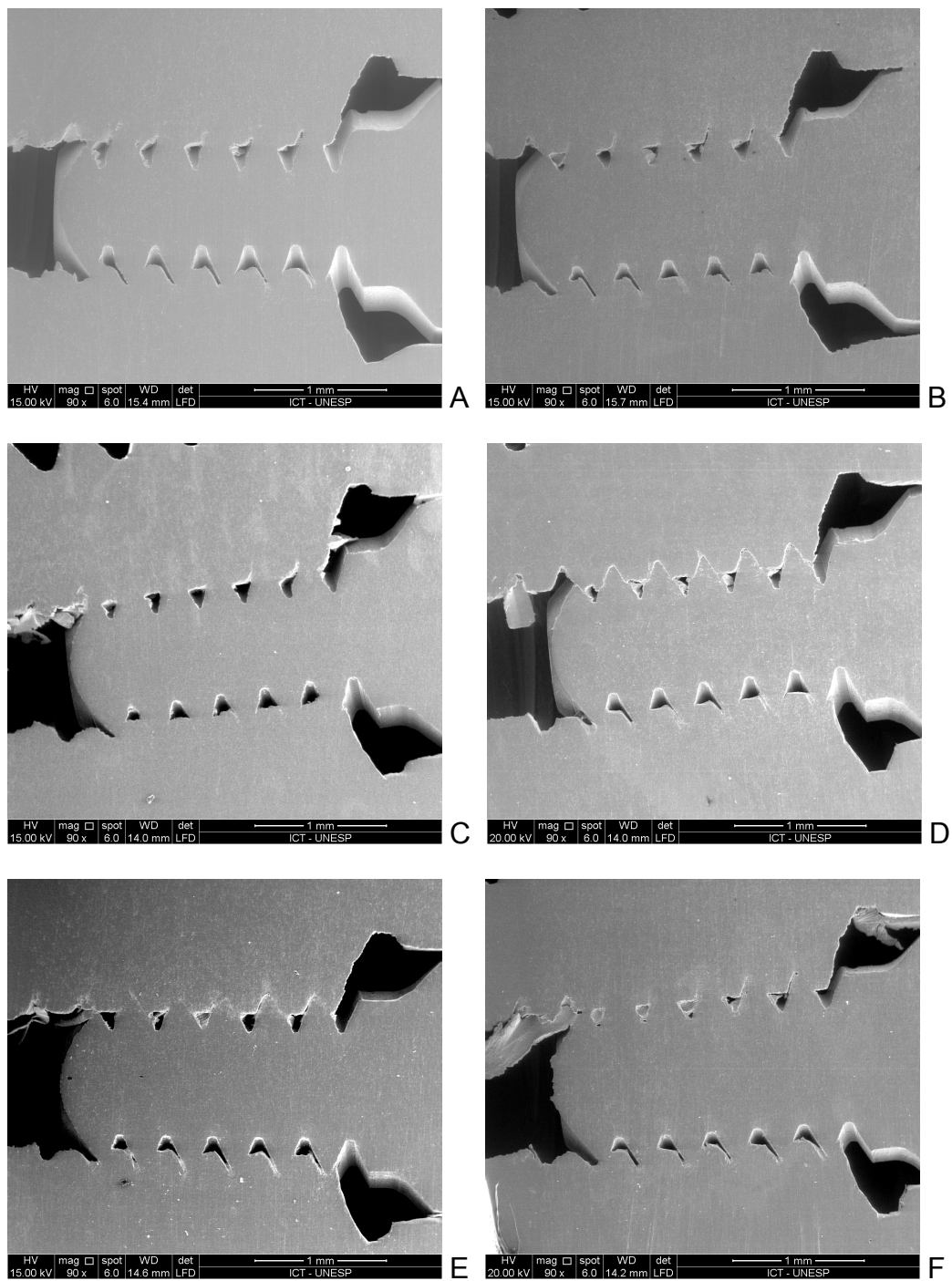


Figura 45 – Imagens das roscas dos grupos GC-11, DLC-11 e AgDLC-11 não ciclados (NC) e ciclados (C) tiradas com os detectores *Large Field Detector* (LFD) em aumentos de 90x. A) grupo GC-11 (NC); B) grupo GC-11 (C); C) grupo DLC-11 (NC); D) grupo DLC-11 (C); E) grupo AgDLC-11 (NC); F) grupo AgDLC-11 (C).

### 5.3.1.4 MEV da área do cone e roscas – Filme

A figura 46 a seguir ilustra os filmes de DLC e AgDLC na superfície do cone e das roscas dos pilares. Pelo o carbono amorfo emitir muitos elétrons secundários, os filmes aparecem de cor clara/brilhantes em comparação aos demais materiais presentes na imagem.

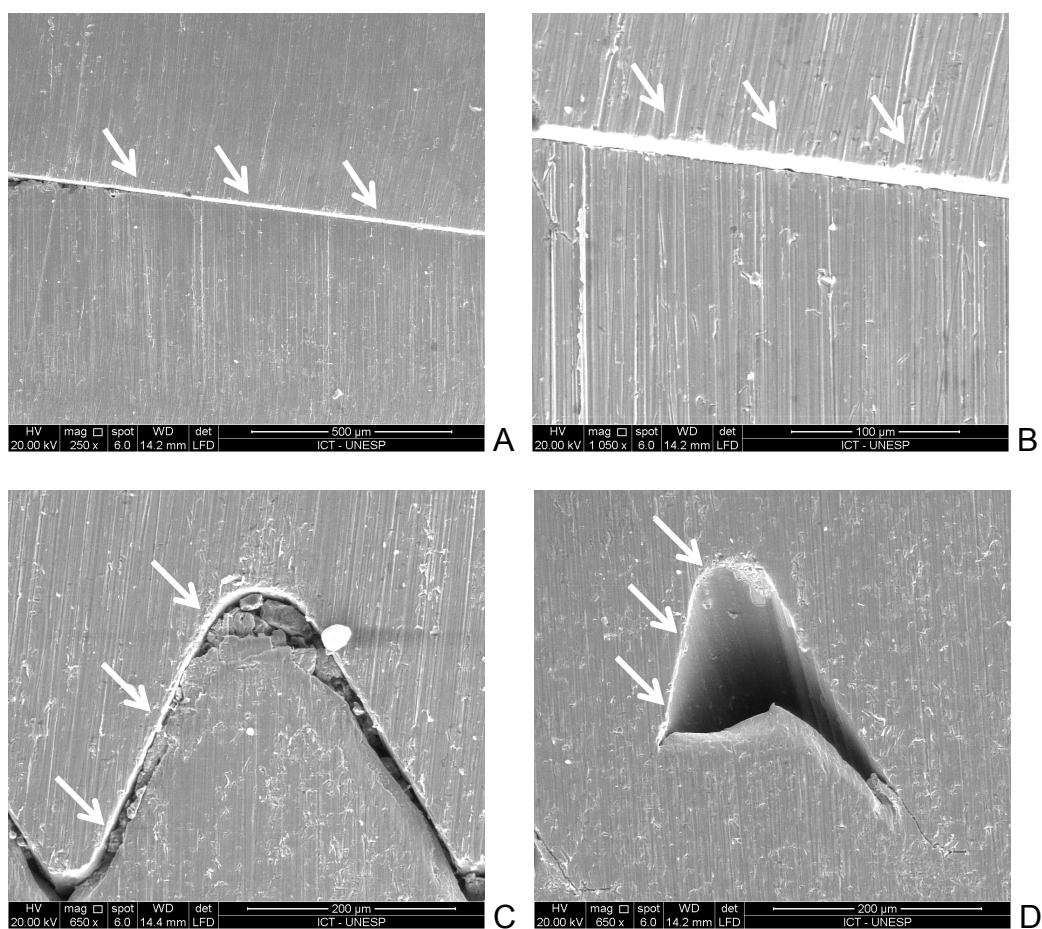


Figura 46 – Imagens ilustrativas do filme de DLC na área do cone e na área das roscas. A) Filme de AgDLC na área do cone de 11 (250x); B) Filme de AgDLC na área do cone de 11 (1050x); C) Filme de DLC na área das roscas do pilar de 8 (650x); D) Filme de DLC na área das roscas do pilar de 11 (650x).

## 6 DISCUSSÃO

Os implantes dentários, uma vez instalados dentro da cavidade oral e reabilitados, estão sujeitos a cargas mastigatórias durante todo o seu período de uso. Portanto, é de suma importância levar em consideração essa carga cíclica quando se pretende avaliar o desempenho dos implantes e seus componentes em longo prazo. Baseado neste fato, este trabalho objetivou avaliar somente os implantes submetidos à ciclagem mecânica. A norma ISO 14801 estabelece parâmetros para realização de ensaio de fadiga mecânica em implantes de forma padronizada. A norma prevê que o sistema implante-componente seja submetido à cargas progressivas durante determinados números de ciclos, ou até que ocorra a falha do conjunto (falha por fadiga). No presente trabalho, assim como em outros estudos encontrados na literatura (Park et al., 2010; Basílio et al., 2012; Jorn et al., 2014), optou-se por uma modificação da norma. A montagem das amostras e os parâmetros de ciclagem seguiram exatamente os parâmetros previstos. Uma vez que o intuito deste trabalho foi de avaliar o desempenho dos filmes de DLC e AgDLC quando aplicados na interface protética de dois tipos de conexões cônicas internas, bem como seu efeito após uma simulação de fadiga mecânica, a carga utilizada durante a ciclagem foi uma carga considerada fisiológica. A frequência e número de ciclos adotados foram os especificados para ambientes úmidos ( $2 \times 10^6$  ciclos; 2 Hz) e, ao final do ensaio, nenhuma amostra sofreu fratura ou alguma falha detectável. No entanto, estudos demonstraram que as falhas por fadiga são mais prováveis à 2Hz do que à 30 Hz e a magnitude da carga e o material utilizado como base tem pequena influência nos resultados (Karl, Kelly, 2009; Lee et al., 2009b).

A utilização da norma ISO 14801, tanto para os parâmetros de montagem das amostras quanto para determinação da frequência e do número de ciclos permitiu um ensaio padronizado e reprodutível. Apesar de muitos trabalhos utilizarem a mesma norma para padronizar alguns aspectos da metodologia, principalmente no que tange a montagem das amostras (Park et al., 2010; Cashman et al., 2011; Basílio et al., 2012; Jorn et al., 2014), a padronização do número de ciclos, frequência e a carga aplicada geralmente não é levada em consideração. Em contrapartida muitos estudos realizam simulações de fadiga sem esta padronização (Khraisat et al., 2002; Ricciardi Coppede et al., 2009; Silva, 2010; Diez et al., 2012). Uma vez que estes parâmetros impactam diretamente no desempenho dos produtos testados, a comparação entre os resultados deve ser feita com ressalvas.

Ao se comparar os três tipos de tratamento (controle, DLC e AgDLC) verificou-se que, pelas diferenças reais, o grupo DLC-8 teve índice de perda de torque significativamente menor em relação ao GC-8 e, ao analisar os valores de diferença relativa, notou-se que o grupo DLC-8 obteve ganho significativo no torque reverso (-4,81%). Quando se comparou os filmes DLC e AgDLC isoladamente, os valores não indicaram diferença estatisticamente significativa entre eles. Ao se analisar os resultados de comparação entre as duas conicidades confirmou-se os resultados anteriores de melhor desempenho para o grupo DLC-8, que apresentou um ganho de torque de 5%. Os implantes com conicidade de 8° também mostraram resultados superiores ao de conicidade de 11° quando comparados os grupos AgDLC-8 (5% de perda de torque relativa) e AgDLC-11 (16% de perda de torque relativa). Com exceção do grupo DLC-8, todos os grupos apresentaram uma redução nos valores de torque reverso quando comparado ao torque de inserção. A diminuição nos valores de torque reverso encontrados neste estudo podem ser explicados pelo efeito lubrificante dos filmes de DLC e AgDLC na área dos cones. Estes resultados vão de encontro com vários estudos

na literatura que também obtiveram uma perda nos valores de torque de remoção de parafusos de implantes de configuração similar aos testados neste estudo, com recobrimentos (Nakamura, 2005; Coppedê, 2007; Park et al., 2010; Pintinha, 2011; Assuncao et al., 2012; Diez et al., 2012) e sem recobrimento (Pintinha, 2011) e de parafusos de pilares de outras configurações com recobrimento (Nakamura, 2005; Assuncao et al., 2012; Diez et al., 2012; (Basílio et al., 2012). No entanto, alguns estudos indicaram um ganho de torque após a aplicação dos filmes em pilares similares ao deste estudo (Teixeira, 2005; Wuo, 2008) e também de outra configuração (Teixeira, 2005). Todavia, estes estudos não avaliaram o efeito dos filmes após ensaios de fadiga mecânica.

É importante salientar que a falha por fadiga das rugosidades na interface de contato ou ainda, a redução do coeficiente de atrito devido a presença de líquidos ou lubrificantes sólidos são fatores que podem ter influência no afrouxamento de parafusos (Bozkaya, Muftu, 2003). Outro fator importante a ser considerado é que no presente trabalho não foram calculados novos valores de pré-carga após a deposição dos filmes de DLC e AgDLC. Os valores de torque de aperto seguiram as recomendações do fabricante para cada modelo de implante, independentemente da presença ou não do filme. No entanto, o coeficiente de atrito tem influencia significativa na pré-carga do parafuso e modifica a tensão gerada no complexo implante-pilar, tanto antes como após ensaios de fadiga. Os valores de torque de aperto deveriam ser estabelecidos baseados nas diferentes condições de cada superfície (Jorn et al., 2014).

A falta de adaptação na interface implante-pilar de conexões cônicas internas representa um papel de extrema importância no comportamento mecânico do implante frente a cargas mastigatórias. A origem desta desadaptação está relacionada aos processos de desenvolvimento onde dois fatores são levados em consideração: o semiângulo do cone do implante e a diferença entre os ângulos das

conicidades do implante e do pilar. Implantes com conexão cônica são geralmente fabricados com uma diferença entre os ângulos das conicidades entre o implante e o pilar. Este fato influencia diretamente no comportamento do sistema de implante no geral, no tamanho do *microgap* (fenda), na tensão gerada ao tecido ósseo, na perda de pré-carga do parafuso e, em particular, no torque de remoção (Aguirrebeitia et al., 2013). As análises em microscopia eletrônica de varredura mostraram que os grupos GC-8, GC-11 e AgDLC-11 não apresentaram fenda visível na interface de contato implante-pilar. Já nos grupos DLC-8 e DLC-11 e AgDLC-11, foi possível visualizar uma fenda na interface. Esta fenda sugere uma possível desadaptação dos pilares nestes grupos. No entanto este estudo se limitou a avaliar a adaptação de forma qualitativa e um estudo mais detalhado do efeito dos filmes na interface de encaixe dos cones se faz necessário.

Quanto à análise das roscas dos pilares, nenhum dos grupos apresentou alteração na adaptação nem desgaste ou deformação após a ciclagem mecânica, assim como no trabalho de Basílio et al. (2012). Este fato vai de encontro com diversos autores que demonstram que o desenho cônico da interface pode reduzir o afrouxamento do parafuso por meio de um travamento por fricção e que este travamento protege as roscas do pilar de forças funcionais excessivas e diminuem a rotação do parafuso durante seu aperto (Sutter et al., 1993; Burguete et al., 1994; Merz et al., 2000; Balik et al., 2012).

Lavrentiadis et al. (2009) verificaram que as roscas de um pilar de corpo único semelhante ao utilizado neste estudo para a conicidade de 11° sofreu pouca ou nenhuma alteração dimensional após  $5 \times 10^6$  ciclos. Este número de ciclos é muito superior ao utilizado no presente trabalho, porém, pelo estudo de Lee (2009), esta diferença no número de ciclos preconizados pela norma ISO 13481 parece não ter influencia nos resultados. Em contrapartida, estudos identificaram leve desgaste e destacamento de recobrimentos nas roscas dos parafusos dos



pilares após sucessivos ciclos de inserção e remoção (Khraisat et al., 2002; Assuncao et al., 2012; Butignon et al., 2013). Os diferentes tipos e técnicas de obtenção dos recobrimentos, bem como as técnicas de usinagem utilizadas nos parafusos de cada trabalho podem ser o motivo para esta diferença. Vale notar que no presente trabalho não foi observada nenhuma delaminação dos filmes de DLC e AgDLC aplicados sobre os pilares após a ciclagem mecânica e o torque de desaperto.

Os resultados de esclerometria mostraram que, durante o teste, o filme se manteve aderido no interior de toda a trilha, sendo arrancado somente em uma amostra do grupo AgDLC a partir de 9,7 N. Porém, nem sempre a adesão do filme pode ser representada pelo valor da carga crítica. Em alguns casos, mesmo após a primeira trinca, o filme permanece aderido e agindo como redutor de atrito. Nestes casos, é necessário associar outras análises para que a aderência do filme possa ser relacionada ao ponto de falha do filme (Radi, 2008).

Em relação aos espectros Ramam, os resultados mostraram que a banda G foi maior no filme de DLC, indicando que a incorporação de nanopartículas de Ag causou uma modificação nas propriedades do filme de AgDLC aumentando a concentração de hibridizações do tipo  $sp^2$ . Este dados corroboram com os achados de Heon et al. (2008) que verificou que a incorporação da Ag em concentrações acima de 0,1% alterou a posição da banda G.

As análises de perfilometria óptica são importantes para correlacionar as propriedades do material com os resultados dos testes tribológicos. Os valores de Ra exibidos neste estudo mostraram valores muito elevados para as amostras planas (Ti =  $402,7 \mu\text{m} \pm 17,3$ ; DLC =  $386,2 \mu\text{m} \pm 66,7$ ; AgDLC =  $284,5 \mu\text{m} \pm 8,6$ ). Os substratos planos foram usinados com intuito de manter a rugosidade proveniente da usinagem dos pilares, portanto não foi realizada nenhuma forma de polimento para padronização dos substratos. Tendo em vista os elevados valores de Ra para os substratos planos, optou-se por realizar a perfilometria óptica

diretamente na área do cone dos pilares para verificar se as rugosidades eram similares. Os valores de Ra obtidos para área dos cones dos pilares, tanto de 8° quanto de 11° mostraram-se bem inferiores àqueles encontrados para os substratos planos (CG-8 =  $1,12 \mu\text{m} \pm 0,02$ ; GC-11 =  $1,49 \mu\text{m} \pm 0,09$ ; DLC-8 =  $1,18 \mu\text{m} \pm 0,05$ ; DLC-11 =  $1,42 \mu\text{m} \pm 0,14$ ; AgDLC-8 =  $1,11 \mu\text{m} \pm 0,04$ ; AgDLC-11 =  $1,42 \mu\text{m} \pm 0,19$ ). Estes resultados podem ser explicados pelo fato de que quando a amostra exibe uma alta rugosidade, este motivo pode resultar em um coeficiente de atrito elevado. Isto se deve ao fato de que a espessura dos filmes de DLC, no geral, são muito finas e acompanham a rugosidade da superfície do substrato (Radi, 2008).

Apesar dos altos valores de Ra, o presente estudo mostrou uma queda nos valores de coeficiente de atrito para os filmes de DLC ( $0,15 \pm 0,2$ ) e AgDLC ( $0,12 \pm 0,2$ ) quando comparados ao Ti cp ( $0,46 \pm 0,14$ ). Estes valores diferem de outros encontrados na literatura que demonstram médias de coeficiente de atrito maiores (Lungu, 2005; Zhang et al., 2008). Geralmente a força de adesão é proporcional a energia de superfície das duas superfícies contactantes. O hidrogênio reduz a energia de superfície do DLC enquanto que a presença da Ag aumenta a energia de superfície. Filmes de DLC apresentaram ângulos de contato maiores do que filmes de AgDLC, indicando uma menor energia livre de superfície no DLC puro (Cardoso, 2013). Outro fator que parece influenciar nos valores de coeficiente de atrito é a carga aplicada. Zhang et al. (2008) observaram que a média de coeficiente de atrito reduziu quando cargas maiores foram aplicadas durante o teste. Este trabalho utilizou uma carga para o teste de coeficiente de atrito de 2 Ncm. Esta carga é bem superior às cargas utilizadas por (Zhang et al., 2008), no entanto é inferior a utilizada por Lungu (2005).

Este trabalho apresenta algumas limitações quanto a parte metodológica que podem ser sanadas em estudos posteriores. Em relação a escolha dos implantes, no intuito de padronizar uma situação

clínica, optou-se por diâmetros externos iguais (4,0 mm). No entanto, estes modelos de implantes apresentam certas características de projeto específicas que afetam esta padronização. O implante com conicidade de 8° (c-fix; Titaniumfix, Brasil) apresenta uma rosca interna M2.0 ( $\varnothing$  2 mm) e um sistema de indexação octogonal, em contra-partida, o implante com conicidade de 11° (b-fix; Titaniumfix, Brasil) possui rosca interna M1.6 ( $\varnothing$  1,6 mm) e indexação hexagonal dupla. Os sistemas de indexação têm interferência com a área ocupada pelo cone e este fato pode influenciar na área ativa de cada modelo de implante. Conseqüentemente, a carga dissipada para cada rosca é diferente vista a diferença de área roscada e de área de cone ativo em cada modelo. Trabalhos futuros devem considerar uma padronização no diâmetro das roscas internas, optando por implantes de diâmetros diferentes, para verificar se a área ativa dos cones associada ao diâmetro da rosca têm efeito nos valores de torque reverso após a ciclagem mecânica.

As análises tribológicas tiveram caráter somente qualitativo. Os resultados de coeficiente de atrito, rugosidade média e esclerometria não foram submetidos a análises estatísticas. Estudos mais detalhados se fazem necessários para verificar se há uma correlação entre os resultados tribológicos e os valores de torque reverso. Outra análise que não foi submetida a testes estatísticos foram as imagens em microscopia eletrônica de varredura. A avaliação da adaptação dos cones e desgaste das roscas foi somente visual e verificações quantitativas devem ser realizadas para resultados mais expressivos e conclusivos. Ainda quanto a adaptação dos pilares, a aplicação dos filmes de DLC e AgDLC, foi realizada por toda a área ativa dos pilares (cone e roscas), porém a interferência do filme na adaptação dos pilares só foi realizada após os ensaios de fadiga. As diferenças nos valores de torque reverso dos pilares com filme e sem filme talvez não tenham ficado tão evidentes devido a possível desadaptação na área dos cones dos pilares com filme de DLC e AgDLC que pode ter tido influencia nos valores de torque

reverso. Estudos futuros deveriam verificar a espessura dos filmes e sua influencia na adaptação dos cones antes do ensaio de fadiga a fim de se alcançar espessuras de filmes que não afetem a adaptação.

## 7 CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo, pode-se concluir que:

- a) Todos os grupos mostraram redução nos valores de torque reverso. O grupo DLC-8 foi o único a apresentar ganho nos valores médios de torque reverso;
- b) As análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) verificaram que a adaptação do cone dos pilares no interior dos implantes parece ter sido afetada pela deposição dos filmes de DLC e AgDLC. As roscas dos pilares sofreram pouca ou nenhuma alteração estrutural após o ensaio de fadiga mecânica e os filmes parecem não ter tido influência na proteção das roscas dos pilares;
- c) As propriedades dos filmes de DLC a AgDLC depositados sobre os substratos planos foram satisfatórias e estão de acordo com resultados encontrados na literatura.

## 8 REFERÊNCIAS\*

Aguirrebeitia J, Abasolo M, Vallejo J, Ansola R. Dental implants with conical implant-abutment interface: influence of the conical angle difference on the mechanical behavior of the implant. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2013 Mar-Apr;28(2):e72-82.

Al Jabbari YS, Fournelle R, Ziebert G, Toth J, Iacopino AM. Mechanical behavior and failure analysis of prosthetic retaining screws after long-term use in vivo. Part 1: Characterization of adhesive wear and structure of retaining screws. *J Prosthodont*. 2008a Apr;17(3):168-80.

Al Jabbari YS, Fournelle R, Ziebert G, Toth J, Iacopino AM. Mechanical behavior and failure analysis of prosthetic retaining screws after long-term use in vivo. Part 3: Preload and tensile fracture load testing. *J Prosthodont*. 2008b Apr;17(3):192-200.

Alkan I, Sertgoz A, Ekici B. Influence of occlusal forces on stress distribution in preloaded dental implant screws. *J Prosthet Dent*. 2004 Apr;91(4):319-25.

Assuncao WG, Delben JA, Tabata LF, Barao VA, Gomes EA, Garcia IR. Preload evaluation of different screws in external hexagon joint. *Implant Dent*. 2012 Feb;21(1):46-50.

Balik A, Karatas MO, Keskin H. Effects of different abutment connection designs on the stress distribution around five different implants: a 3-dimensional finite element analysis. *J Oral Implantol*. 2012 Sep;38 Spec No:491-6.

Basílio A, Butignon LE, Arioli Filho J. Effectiveness of screw surface coating on the stability of zirconia abutments after cyclic loading. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2012 Sep-Oct;27(5):1061-7.

---

\* Baseado em:

International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [homepage na Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [disponibilidade em 2008 ago; citado em 25 ago.] Disponível em: [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

Becker W, Becker BE. Replacement of maxillary and mandibular molars with single endosseous implant restorations: a retrospective study. *J Prosthet Dent.* 1995 Jul;74(1):51-5.

Boggan RS, Strong JT, Misch CE, Bidez MW. Influence of hex geometry and prosthetic table width on static and fatigue strength of dental implants. *J Prosthet Dent.* 1999 Oct;82(4):436-40.

Bonetti LF. Otimização das propriedades mecânicas e tribológicas de filmes de DLC crescidos sobre substratos metálicos objetivando aplicações espaciais e industriais [tese]. São José dos Campos (SP): ITA - Instituto Tecnológico de Aeronáutica; 2008.

Bonetti LF, Capote G, Santos LV, Corat EJ, Trava-Airoldi VJ. Adhesion studies of diamond-like carbon films deposited on Ti6Al4V substrate with a silicon interlayer. *Thin Solid Films.* 2006 Sep;515(1):375-9.

Bosetti M, Masse A, Tobin E, Cannas M. Silver coated materials for external fixation devices: in vitro biocompatibility and genotoxicity. *Biomaterials.* 2002 Feb;23(3):887-92.

Bozkaya D, Muftu S. Mechanics of the tapered interference fit in dental implants. *J Biomech.* 2003 Nov;36(11):1649-58.

Bozkaya D, Muftu S. Mechanics of the taper integrated screwed-in (TIS) abutments used in dental implants. *J Biomech.* 2005 Jan;38(1):87-97.

Buchmann R, Khoury F, Pingel D, Lange DE. The microflora recovered from the outer-surfaces of the Frialit-2 implanto-prosthetic connector. *Clin Oral Implants Res.* 2003 Feb;14(1):28-34.

Burguete RL, Johns RB, King T, Patterson EA. Tightening characteristics for screwed joints in osseointegrated dental implants. *J Prosthet Dent.* 1994 Jun;71(6):592-9.

Butignon LE, Basilio A, Pereira Rde P, Arioli Filho JN. Influence of three types of abutments on preload values before and after cyclic loading with

structural analysis by scanning electron microscopy. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2013 May-Jun;28(3):e161-70.

Calister WD. Mechanical properties of metals. In: Calister Jr. WD. *Materials science and engineering: an introduction* 7. ed. Estados Unidos: John Wiley & Sons. 2007. p. 131.

Cantwell A, Hobkirk JA. Preload loss in gold prosthesis-retaining screws as a function of time. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2004 Jan-Feb;19(1):124-32.

Capote G, Bonetti LF, Trava-Airoldi VJ, Santos LV, Corat EJ. Deposition of adherent DLC films using a low-coast enhanced pulsed-DC PECVD method *Rev Bras Apl Vac*. 2006a 25(4):209-13.

Capote G, Prioli R, Freire FL. Effects of the growth conditions on the roughness of amorphous hydrogenated carbon films deposited by plasma enhanced chemical vapor deposition. *J Vac Sci Technol A*. 2006b Nov-Dec;24(6):2212-6.

Cardoso M. Influência da deposição de filmes de carbono tipo diamante da infiltração bacteriana pela interface entre implantes e pilares protéticos [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciências e Tecnologia, UNESP - Universidade Estadual Paulista; 2013.

Cashman PM, Schneider RL, Schneider GB, Stanford CM, Clancy JM, Qian F. In vitro analysis of post-fatigue reverse-torque values at the dental abutment/implant interface for a unitarian abutment design. *J Prosthodont*. 2011 Oct;20(7):503-9.

Cehreli MC, Akca K, Iplikcioglu H, Sahin S. Dynamic fatigue resistance of implant-abutment junction in an internally notched morse-taper oral implant: influence of abutment design. *Clin Oral Implants Res*. 2004 Aug;15(4):459-65.

Chee W, Jivraj S. Failures in implant dentistry. *Br Dent J*. 2007 Feb 10;202(3):123-9.



Coelho AL, Suzuki M, Dibart S, DA Silva N, Coelho PG. Cross-sectional analysis of the implant-abutment interface. *J Oral Rehabil.* 2007 Jul;34(7):508-16.

Conrad HJ, Schulte JK, Vallee MC. Fractures related to occlusal overload with single posterior implants: a clinical report. *J Prosthet Dent.* 2008 Apr;99(4):251-6.

Cooper LF, De Kok IJ, Rojas-Vizcaya F, Pungpapong P, Chang SH. The immediate loading of dental implants. *Compend Contin Educ Dent.* 2007 Apr;28(4):216-25; quiz 226.

Coppedê AR. Estudo biomecânico da conexão implante/pilar protético em implantes do sistema cone morse [tese]. Ribeirão Preto (SP): Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, USP - Universidade de São Paulo; 2007.

D'Ercole S, Scarano A, Perrotti V, Mulatinho J, Piattelli A, Iezzi G, et al. Implants with external hexagon and conical implant-abutment connections: an in vitro study of the bacterial contamination. *J Oral Implantol.* 2014 Feb; 40(1):30-6.

Dibart S, Warbington M, Su MF, Skobe Z. In vitro evaluation of the implant-abutment bacterial seal: the locking taper system. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2005 Sep-Oct;20(5):732-7.

Diez JS, Brigagao VC, Cunha L, Neves AC, da Silva-Concilio LR. Influence of diamondlike carbon-coated screws on the implant-abutment interface. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2012 Sep-Oct;27(5):1055-60.

Fissmer SF. Utilização da técnica magnetron sputtering para deposição de filmes de DLC incorporados com nanoartículas de prata [dissertação]. São José dos Campos (SP): ITA - Instituto Tecnológico da Aeronáutica; 2010.

Grill A. Diamond-like carbon coatings as biocompatible materials—an overview. *Diam Relat Mater.* 2003; 12(2):166-70.

Guda T, Ross TA, Lang LA, Millwater HR. Probabilistic analysis of preload in the abutment screw of a dental implant complex. *J Prosthet Dent.* 2008 Sep;100(3):183-93.

Haack JE, Sakaguchi RL, Sun T, Coffey JP. Elongation and preload stress in dental implant abutment screws. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 1995 Sep-Oct;10(5):529-36.

Heon WC, Reinhold HD, Seung-Cheol L, Kwang-Reyol L, Kyu HO. Characteristic of silver doped DLC films on surface properties and protein adsorption. *Diam Relat Mater* 2008; 17(3):252-7.

Jansen VK, Conrads G, Richter EJ. Microbial leakage and marginal fit of the implant-abutment interface. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 1997 Jul-Aug;12(4):527-40.

Jemt T. Failures and complications in 391 consecutively inserted fixed prostheses supported by Branemark implants in edentulous jaws: a study of treatment from the time of prosthesis placement to the first annual checkup. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 1991a Fall;6(3):270-6.

Jemt T, Laney WR, Harris D, Henry PJ, Krogh PH Jr, Polizzi G, et al. Osseointegrated implants for single tooth replacement: a 1-year report from a multicenter prospective study. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 1991b Spring;6(1):29-36.

Jorn D, Kohorst P, Besdo S, Rucker M, Stiesch M, Borchers L. Influence of lubricant on screw preload and stresses in a finite element model for a dental implant. *J Prosthet Dent.* 2014; 112(2):340-8.

Karl M, Kelly JR. Influence of loading frequency on implant failure under cyclic fatigue conditions. *Dent Mater.* 2009 Nov;25(11):1426-32.

Khraisat A, Stegaroiu R, Nomura S, Miyakawa O. Fatigue resistance of two implant/abutment joint designs. *J Prosthet Dent.* 2002 Dec;88(6):604-10.

Kim BJ, Yeo IS, Lee JH, Kim SK, Heo SJ, Koak JY. The effect of screw length on fracture load and abutment strain in dental implants with external abutment connections. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2012 Jul-Aug;27(4):820-3.

Kim BK, Bae HE, Shim JS, Lee KW. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. *J Prosthet Dent*. 2005 Oct;94(4):357-62.

Kim JS, Kuk E, Yu KN, Kim JH, Park SJ, Lee HJ, et al. Antimicrobial effects of silver nanoparticles. *Nanomedicine*. 2007 Mar;3(1):95-101.

Kwok SCH, Zhang W, Wan GJ, McKenzie DR, Bilek MMM, Chu PK. Hemocompatibility and anti-bacterial properties of silver doped diamond-like carbon prepared by pulsed filtered cathodic vacuum arc deposition. *Diam Relat Mater*. 2007; 16(4-7):1353-60.

Lavrentiadis G, Yousef H, Luke A, Flinton R. Changes in abutment screw dimensions after off-axis loading of implant-supported crowns: a pilot study. *Implant Dent*. 2009 Oct;18(5):447-53.

Lee CK. Evaluation of test protocol variables for dental implant fatigue research [dissertação]. Farmington (Connecticut): School of Dental Medicine, UConn - University of Connecticut; 2009a.

Lee CK, Karl M, Kelly JR. Evaluation of test protocol variables for dental implant fatigue research. *Dent Mater*. 2009b Nov;25(11):1419-25.

Levine RA, Ganeles J, Jaffin RA, Clem DS 3rd, Beagle JR, Keller GW. Multicenter retrospective analysis of wide-neck dental implants for single molar replacement. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2007 Sep-Oct;22(5):736-42.

Love CA, Cook RB, Harvey TJ, Dearnley PA, Wood RJK. Diamond like carbon coatings for potential application in biological implants—a review. *Tribol Int*. 2013 July; 63:141-50.

Lungu CP. Nanostructure influence on DLC-Ag tribological coatings. *Surf Coat Tech.* 2005 Oct 1;200(1-4):198-202.

Maheswaran R, Sivaraman R, Mahapatra O, Rao PC, Gopalakrishnan C, Thiruvadigal DJ. Surface studies of diamond-like carbon films grown by plasma-enhanced chemical vapor deposition. *Surf Interface Anal.* 2010 (42):1702-5.

Manda MG, Psyllaki PP, Tsipas DN, Koidis PT. Observations on an in-vivo failure of a titanium dental implant/abutment screw system: a case report. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2009 Apr;89(1):264-73.

Mangano C, Mangano F, Piattelli A, Iezzi G, Mangano A, La Colla L. Prospective clinical evaluation of 1920 Morse taper connection implants: results after 4 years of functional loading. *Clin Oral Implants Res.* 2009 Mar;20(3):254-61.

Mangano C, Mangano F, Shibli JA, Tettamanti L, Figliuzzi M, d'Avila S, et al. Prospective evaluation of 2,549 Morse taper connection implants: 1- to 6-year data. *J Periodontol.* 2011 Jan;82(1):52-61.

Marciano FR, Bonetti LF, Da-Silva NS, Corat EJ, Trava-Airoldi VJ. Diamond-like carbon films produced from high deposition rates exhibit antibacterial activity. *Synthetic Met.* 2009a Nov;159(21-22):2167-9.

Marciano FR, Bonetti LF, Santos LV, Da-Silva NS, Corat EJ, Trava-Airoldi VJ. Antibacterial activity of DLC and Ag-DLC films produced by PECVD technique. *Diam Relat Mater.* 2009b May-Aug;18(5-8):1010-4.

McGlumphy EA, Mendel DA, Holloway JA. Implant screw mechanics. *Dent Clin North Am.* 1998 Jan;42(1):71-89.

Mendonca G, Mendonca DB, Fernandes-Neto AJ, Neves FD. Management of fractured dental implants: a case report. *Implant Dent.* 2009 Feb;18(1):10-6.

Merz BR, Hunenbart S, Belser UC. Mechanics of the implant-abutment connection: an 8-degree taper compared to a butt joint connection. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2000 Jul-Aug;15(4):519-26.

Misch CE. *Implantes dentários contemporâneos*. 2 ed. São Paulo: Ed. Santos; 2006.

Misch CE. Princípios da prótese aparafusada. In: Misch CE. *Prótese sobre implantes*. São Paulo: Ed. Santos;v2007. p. 452.

Misch CE, Wang HL, Misch CM, Sharawy M, Lemons J, Judy KW. Rationale for the application of immediate load in implant dentistry: part II. *Implant Dent*. 2004 Dec;13(4):310-21.

Morrison ML, Buchanan RA, Liaw PK, Berry CJ, Brigmon RL, Riester L, et al. Electrochemical and antimicrobial properties of diamondlike carbon-metal composite films. *Diam Relat Mater*. 2006 Jan;15(1):138-46.

Naert I, Quirynen M, van Steenberghe D, Darius P. A study of 589 consecutive implants supporting complete fixed prostheses. Part II: Prosthetic aspects. *J Prosthet Dent*. 1992 Dec;68(6):949-56.

Nakamura LH. *Estudo comparativo do afrouxamento de diferentes parafusos de fixação de abutment em implantes de hexágono externo e interno, após o ensaio de ciclagem mecânica [dissertação]*. São Paulo (SP): Faculdade de Odontologia, USP - Universidade de São Paulo; 2005.

Nergiz I, Schmage P, Shahin R. Removal of a fractured implant abutment screw: a clinical report. *J Prosthet Dent*. 2004 Jun;91(6):513-7.

Niemann G. Junções por meio de parafusos. In: Niemann G. *Elementos de máquinas*. São Paulo: Ed. Blücher; 1971. p. 161.

Norton MR. Assessment of cold welding properties of the internal conical interface of two commercially available implant systems. *J Prosthet Dent*. 1999 Feb;81(2):159-66.

Norton MR. In vitro evaluation of the strength of the conical implant-to-abutment joint in two commercially available implant systems. *J Prosthet Dent.* 2000 May;83(5):567-71.

Oliveira EJ. *Biengenharia em implantes osseointegrados.* Rio de Janeiro: Ed. Pedro Primeiro; 1997.

Park JK, Choi JU, Jeon YC, Choi KS, Jeong CM. Effects of abutment screw coating on implant preload. *J Prosthodont.* 2010 Aug;19(6):458-64.

Pintinha M. Efeito do carregamento mecânico no torque de remoção de dois diferentes tipos de pilares para implantes com conexão cone morse [dissertação]. Maringá (PR): Centro de Ciências da Saúde, UEM - Universidade Estadual de Maringá; 2011.

Prado CJ, Neves FD, Soares CJ, Dantas KA, Dantas TS, Naves LZ. Influence of abutment screw design and surface coating on the bending flexural strength of the implant set. *J Oral Implantol.* 2014 Apr;40(2):123-8.

Quaresma SE, Cury PR, Sendyk WR, Sendyk C. A finite element analysis of two different dental implants: stress distribution in the prosthesis, abutment, implant, and supporting bone. *J Oral Implantol.* 2008 34(1):1-6.

Radi PA. Estudos de fenômenos tribológicos em materiais carbonosos [dissertação] São José dos Campos (SP): ITA - Instituto Tecnológico de Aeronáutica; 2008.

Ricciardi Coppede A, de Mattos Mda G, Rodrigues RC, Ribeiro RF. Effect of repeated torque/mechanical loading cycles on two different abutment types in implants with internal tapered connections: an in vitro study. *Clin Oral Implants Res.* 2009 Jun;20(6):624-32.

Richter EJ. In vivo vertical forces on implants. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 1995 Jan-Feb;10(1):99-108.

Robertson J. Diamond-like amorphous carbon. *Materials Science & Engineering R-Reports*. 2002 May 24;37(4-6):129-281.

Rosenstiel SF, Land MF, Fujimoto J. Próteses fixas implantossuportadas. In: Rosenstiel SF. *Prótese fixa contemporânea*. São Paulo: Ed. Santos; 2005. p. 313.

Saidin S, Abdul Kadir MR, Sulaiman E, Abu Kasim NH. Effects of different implant-abutment connections on micromotion and stress distribution: prediction of microgap formation. *J Dent*. 2012 Jun;40(6):467-74.

Scarano A, Assenza B, Piattelli M, Iezzi G, Leghissa GC, Quaranta A, et al. A 16-year study of the microgap between 272 human titanium implants and their abutments. *J Oral Implantol*. 2005 31(6):269-75.

Scarano A, Quaranta M, Traini T, Piattelli M, Piattelli A. SEM and fractography analysis of screw thread loosening in dental implants. *Int J Immunopathol Pharmacol*. 2007 Jan-Mar;20(1 Suppl 1):19-22.

Schauer J, Winter J. Plasma deposition of elastic wear resistant Si-C coatings on nickeltitanium for biomedical applications. *J Appl Phys*. 2008; 103:113302.

Schwarz FP, Hauser-Gerspach I, Waltimo T, Stritzker B. Antibacterial properties of silver containing diamond like carbon coatings produced by ion induced polymer densification. *Surf Coat Tech*. 2011 Jul 15;205(20):4850-4.

Schwarz MS. Mechanical complications of dental implants. *Clin Oral Implants Res*. 2000; 11 Suppl 1:156-8.

Silva FD. Avaliação da pré-carga e torque de remoção de três parafusos de pilares para próteses unitárias implantossuportadas após ciclagem mecânica [dissertação]. Porto Alegre (RS): Faculdade de Odontologia, PUCRS - Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul; 2010.

Spazzin AO, Henriques GE, de Arruda Nobilo MA, Consani RL, Correr-Sobrinho L, Mesquita MF. Influence of prosthetic screw material on joint

stability in passive and non-passive implant-supported dentures. *Open Dent J*. 2009 3:245-9.

Squier RS, Psoter WJ, Taylor TD. Removal torques of conical, tapered implant abutments: the effects of anodization and reduction of surface area. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2002 Jan-Feb;17(1):24-7.

Steinebrunner L, Wolfart S, Ludwig K, Kern M. Implant-abutment interface design affects fatigue and fracture strength of implants. *Clin Oral Implants Res*. 2008 Dec;19(12):1276-84.

Stuker RA, Teixeira ER, Beck JC, da Costa NP. Preload and torque removal evaluation of three different abutment screws for single standing implant restorations. *J Appl Oral Sci*. 2008 Jan-Feb;16(1):55-8.

Sutter F, Weber HP, Sorensen J, Belser U. The new restorative concept of the ITI dental implant system: design and engineering. *Int J Periodontics Restor Dent*. 1993 13(5):409-31.

Teixeira TND. Recobrimento de carbono amorfo em parafusos de titânio para conexões protéticas [tese]. Rio de Janeiro (RJ): Universidade Federal do Rio de Janeiro; 2005.

Trava-Airoldi VJ, Bonetti LF, Capote G, Fernandes JA, Blando E, Hubler R, et al. DLC film properties obtained by a low cost and modified pulsed-DC discharge. *Thin Solid Films*. 2007a Dec 3;516(2-4):272-6.

Trava-Airoldi VJ, Santos LV, Bonetti LF, Capote G, Radi PA, Corat EJ. Tribological and mechanical properties of DLC film obtained on metal surface by an enhanced and low-cost pulsed-DC discharge. *Int J Surf Sci Eng*. 2007b 1(4):417-28.

Tsuge T, Hagiwara Y. Influence of lateral-oblique cyclic loading on abutment screw loosening of internal and external hexagon implants. *Dent Mater J*. 2009 Jul;28(4):373-81.



Venancio VS. Caracterização de filmes de carbono do tipo diamante para aplicações biomédicas [tese]. Rio de Janeiro (RJ): UFRJ - Universidade Federal do Rio de Janeiro; 2005.

Winkler S, Ring K, Ring JD, Boberick KG. Implant screw mechanics and the settling effect: overview. *J Oral Implantol*. 2003; 29(5):242-5.

Wuo AV. Mensuração do torque de desaperto do componente protético em conexão do tipo cone-morse em implantes dentários utilizando deposição de carbono sobre a superfície de atrito. [dissertação]. São Paulo (SP): Faculdade de Odontologia, USP - Universidade de São Paulo; 2008.

Zhang HS, Endrino JL, Anders A. Comparative surface and nanotribological characteristics of nanocomposite diamond-like carbon thin films doped by silver. *Appl Surf Sci*. 2008 Dec 30;255(5):2551-6.

**APÊNDICE A** – Dados obtidos no teste de destorque

Tabela 11 – Valores de torque de inserção, torque de remoção, diferença real e diferença relativa

*continua*

<b>Tratamento</b>	<b>Conicidade</b>	<b>Ti (Ncm)</b>	<b>TR (Ncm)</b>	<b>Diferença Real (Ncm)</b>	<b>Diferença Relativa (%)</b>
controle	11	21.3	20.2	1.1	5.1643
controle	11	20.6	19.1	1.5	7.2816
controle	11	20.0	22.0	-2.0	-10.0000
controle	11	20.1	23.3	-3.2	-15.9204
controle	11	20.5	18.0	2.5	12.1951
controle	11	20.0	18.5	1.5	7.5000
controle	11	20.7	18.8	1.9	9.1787
controle	11	20.1	19.9	0.2	0.9950
controle	11	20.3	17.4	2.9	14.2857
controle	11	20.2	10.4	9.8	48.5149
DLC	11	20.2	17.3	2.9	14.3564
DLC	11	20.1	16.3	3.8	18.9055
DLC	11	20.3	15.8	4.5	22.1675
DLC	11	20.4	15.2	5.2	25.4902
DLC	11	20.3	14.2	6.1	30.0493
DLC	11	20.0	16.6	3.4	17.0000
DLC	11	20.1	17.7	2.4	11.9403
DLC	11	20.0	16.0	4.0	20.0000
DLC	11	20.4	14.6	5.8	28.4314
DLC	11	20.1	15.9	4.2	20.8955
AgDLC	11	20.6	17.4	3.2	15.5340
AgDLC	11	20.1	17.5	2.6	12.9353
AgDLC	11	20.0	17.4	2.6	13.0000
AgDLC	11	20.5	17.1	3.4	16.5854
AgDLC	11	20.3	17.3	3.0	14.7783
AgDLC	11	20.2	16.7	3.5	17.3267
AgDLC	11	20.2	17.9	2.3	11.3861
AgDLC	11	20.3	17.1	3.2	15.7635
AgDLC	11	20.2	16.0	4.2	20.7921
AgDLC	11	20.1	16.8	3.3	16.4179
controle	8	32.3	28.7	3.6	11.1455
controle	8	32.2	27.6	4.6	14.2857
controle	8	32.3	31.8	0.5	1.5480
controle	8	32.2	30.3	1.9	5.9006
controle	8	32.3	33.9	-1.6	-4.9536
controle	8	32.2	47.1	-14.9	-46.2733
controle	8	33.3	29.2	4.1	12.3123

Tabela 11 – Valores de torque de inserção, torque de remoção, diferença real e diferença relativa

Tratamento	Conicidade	<i>conclusão</i>			
		Ti (Ncm)	TR (Ncm)	Diferença Real (Ncm)	Diferença Relativa (%)
controle	8	33.4	21.6	11.8	35.3293
controle	8	32.8	32.2	0.6	1.8293
controle	8	32.0	25.1	6.9	21.5625
DLC	8	32.0	43.6	-11.6	-36.2500
DLC	8	32.1	32.1	0.0	0.0000
DLC	8	32.9	31.6	1.3	3.9514
DLC	8	32.2	30.9	1.3	4.0373
DLC	8	32.3	39.0	-6.7	-20.7430
DLC	8	32.2	35.3	-3.1	-9.6273
DLC	8	32.1	35.3	-3.2	-9.9688
DLC	8	32.0	35.4	-3.4	-10.6250
DLC	8	32.8	30.3	2.5	7.6220
DLC	8	32.4	32.2	0.2	0.6173
AgDLC	8	32.2	31.0	1.2	3.7267
AgDLC	8	32.0	28.6	3.4	10.6250
AgDLC	8	32.3	32.6	-0.3	-0.9288
AgDLC	8	32.0	32.2	-0.2	-0.6250
AgDLC	8	32.0	30.2	1.8	5.6250
AgDLC	8	32.1	27.6	4.5	14.0187
AgDLC	8	32.0	30.3	1.7	5.3125
AgDLC	8	32.3	31.2	1.1	3.4056
AgDLC	8	32.0	31.4	0.6	1.8750
AgDLC	8	32.3	28.4	3.9	12.0743

## APÊNDICE B – Análises e testes estatísticos

Tabela 12 – Teste ANOVA 2-fatores para Diferença Real (Ncm)

Source of Variation	% of total variation	P value	P value summary	Significant?	
Interaction	12.15	0.0180	*	Yes	
TM	2.171	0.4659	ns	No	
Tempo	10.00	0.0100	**	Yes	
ANOVA table	SS	DF	MS	F (DFn, DFd)	P value
Interaction	121.0	2	60.50	F (2, 54) = 4.335	0.0180
TM	21.62	2	10.81	F (2, 54) = 0.7746	0.4659
Tempo	99.59	1	99.59	F (1, 54) = 7.136	0.0100
Residual	753.6	54	13.96		

Tabela 13 – Teste de comparações múltiplas Sidak

Sidak's multiple comparisons	Mean Diff.	95% CI of diff.	Significant?
8°			
Controle vs. DLC	4.020	-0.09677 to 8.137	No
Controle vs. AgDLC	-0.02000	-4.137 to 4.097	No
DLC vs. AgDLC	-4.040	-8.157 to 0.07677	No
11°			
Controle vs. DLC	-2.610	-6.727 to 1.507	No
Controle vs. AgDLC	-1.510	-5.627 to 2.607	No
DLC vs. AgDLC	1.100	-3.017 to 5.217	No

Tabela 14 – Teste Kruskal-Wallis com valores de diferença real (Ncm) para comparação entre tratamentos para conicidade de 8°

<b>Kruskal-Wallis Statistic</b>		<b>P-Value</b>
6.4564		0.0396 < 5%
<b>Dunn-Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of Ncm by T</b>		
<b>T</b>	<b>Posto médio</b>	<b>Homogeneous Groups</b>
controle	19.150	A
AgDLC	17.550	AB
DLC	9.800	B

$\alpha = 0.1$ ; Valor crítico de Z = 2.128

Tabela 15 – Teste Kruskal-Wallis com valores de diferença relativa (%) para comparação entre tratamentos para conicidade de 8°

<b>Kruskal-Wallis Statistic</b>		<b>P-Value</b>
6.4335		0.0401 < 5%
<b>Dunn-Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of % by T</b>		
<b>T</b>	<b>Posto médio</b>	<b>Homogeneous Groups</b>
controle	19.100	A
AgDLC	17.600	AB
DLC	9.800	B

$\alpha = 0.1$ ; Valor crítico de Z = 2.128

Tabela 16 – Teste Kruskal-Wallis com valores de diferença real (Ncm) para comparação entre tratamentos para conicidade de 11°

<b>Kruskal-Wallis Statistic</b>		<b>P-Value</b>
12.7570		0.0017 < 0.05
<b>Dunn-Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of Ncm by T</b>		
<b>T</b>	<b>Posto médio</b>	<b>Homogeneous Groups</b>
DLC	22.150	A
AgDLC	16.200	AB
controle	8.150	B

$\alpha = 0.05$ ; Valor crítico de Z = 2.394

Tabela 17 – Teste Kruskal-Wallis com valores de diferença relativa (%) para comparação entre tratamentos para conicidade de 11°

<b>Kruskal-Wallis Statistic</b>		<b>P-Value</b>
13.0787		0.0014 < 0.05
<b>Kruskal-Wallis All-Pairwise Comparisons Test of % by T</b>		
<b>T</b>	<b>Posto médio</b>	<b>Homogeneous Groups</b>
DLC	22.300	A
AgDLC	16.100	AB
controle	8.100	B

$\alpha = 0.05$ ; Valor crítico de Z = 2.394

Tabela 18 – Teste Dunn-Bonferroni para comparação entre conicidades

<b>T</b>	<b>Mean Diff.</b>	<b>95% CI of diff.</b>	<b>Significant?</b>
Controle	-0.1300	-4.258 to 3.998	No
DLC	6.500	2.372 to 10.63	Yes
AgDLC	1.360	-2.768 to 5.488	No

$\alpha = 0.05$