

# Carregamentos Cíclicos de Implantes Dentários em Meio Ambiente Controlado

# Margarida Alexandra da Mota Ferreira Nobre Janardo

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em

# Mestrado Bolonha em Bioengenharia e Nanossistemas

Orientadores: Profª Doutora Maria de Fátima Reis Vaz

Prof. Doutor Luís Filipe Galrão dos Reis

#### Júri

Presidente: Prof. Doutor Gabriel António Amaro Monteiro

Orientadora: Profª Doutora Maria de Fátima Reis Vaz

Vogal: Prof. Doutor Augusto Manuel Moura Moita de Deus

# **Agradecimentos**

Antes de mais, quero agradecer à Professora Doutora Fátima Vaz pelo apoio e paciência na orientação desta dissertação, mesmo nas fases mais difíceis.

Agradeço também ao Professor Luís Reis pela disponibilidade em tirar dúvidas e apoio na parte experimental.

Deixo o meu agradecimento ao Professor António Maurício e Professor Manuel Pereira por toda a atenção, compreensão e prontidão para me ajudar.

Quero agradecer também à Diana Pereira por todos os ensinamentos transmitidos, bem como ao senhor Pedro e ao senhor João do Laboratório de Tecnologias Oficinais que me ajudaram num das partes mais fundamentais deste trabalho.

Por último, mas não menos importante, quero agradecer à minha família, amigos e colegas de curso, pelo apoio incansável, carinho, educação e companheirismo nesta jornada. Em especial, aos meus pais Ana Maria Nobre e Hilário Janardo, irmão Ricardo, avós, prima "Jola", Joana Lourenço e Vasco Lopes eu dedico esta tese.

Um Muito Obrigada a Todos!

# Resumo

Uma das formas existentes para restaurar a função estética e/ou mastigatória de um indivíduo que perdeu dentes são os implantes dentários. Estes são conhecidos por serem constituídos por titânio, um dos materiais mais biocompatíveis com os tecidos vivos. No entanto, a sua estabilidade na cavidade oral pode ser influenciada pelos ciclos de carga mastigatórios, bem como pela saliva humana.

Nesta dissertação, pretendeu-se avaliar o efeito de uma solução eletrolítica de saliva artificial, sem flúor e idêntica à saliva humana, sobre a estabilidade de sistemas de implantes dentários, com diferentes acabamentos superficiais e dois tipos de geometria implante-pilar. Estes implantes foram inseridos em espumas celulares de poliuretano e compósitos de epóxi, com uma densidade que mimetiza o osso trabecular e o osso cortical, respetivamente. Ensaios mecânicos de fadiga em meio aquoso foram realizados para analisar o deslocamento dos provetes à carga cíclica "mastigatória". Ensaios nanotribológicos em saliva artificial também foram realizados para avaliar o desempenho da interface implante-pilar. Para verificar as deformações, desgaste ou composição das amostras recorreu-se à microscopia eletrónica de varrimento (MEV), à microtomografia computadorizada (micro-TC), à microscopia ótica ou à espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS).

Os resultados dos ensaios de fadiga mostraram que o comportamento dos implantes com a geometria hexagonal externa e tratamento de jato de areia foi melhor do que o dos implantes com conexão cone Morse e tratamento de jato de areia + ataque ácido. Os resultados dos ensaios nanotribológicos verificaram que a saliva artificial sem flúor deteriora o material dos implantes.

#### Palavras-chave

Implantes dentários; saliva artificial; ensaios de fadiga; ensaios nanotribológicos; microscopia eletrónica de varrimento.

#### Abstract

One of the existing ways to restore the aesthetic and/or masticatory function of an individual who has lost teeth are dental implants. These are known to consist of titanium, one of the most biocompatible materials with living tissues. However, their stability in the oral cavity can be influenced by the charge cycles derived from chewing, as well as by human saliva.

The aim of this dissertation was to evaluate the effect of an electrolytic solution of artificial saliva, without fluoride and similar to human saliva, on the stability of dental implant systems with different surface finishes and different implant-abutment geometries. These implants were inserted into polyurethane cellular foams and epoxy composites, with a density that mimics trabecular and cortical bone, respectively. Mechanical fatigue tests in aqueous medium were performed to analyze the sample displacement to the cyclic "masticatory" load. Nanotribological tests on artificial saliva were also conducted to evaluate the performance of the implant-abutment interface. Scanning electron microscopy (SEM), computed microtomography (micro-CT), optical microscopy or energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) were used to verify the deformations, wear or composition of the samples.

The results of the fatigue tests showed that the behavior of the implants with external hexagonal geometry and sandblast treatment was better than that of implants with Morse taper connection and sandblast + acid etched treatment. The results of the nanotribologic tests verified that the saliva without fluoride deteriorates the material of the implants.

## **Keywords**

Dental implants; artificial saliva; fatigue tests; nanotribological tests; scanning electron microscopy.

# Índice

Agrade	ecimentos.		ii
Resum	10		iii
Abstra	ct		iv
Índice.			iiv
Lista d	e figuras		viii
Lista d	e tabelas		х
Lista d	e símbolos		xii
Lista d	e abreviatu	ras	xiii
1.	Introduç	ão	1
1.1.	. Cav	idade oral e suas estruturas dinâmicas	1
	1.1.1.	Dentes	1
	1.1.2.	Glândulas salivares e saliva	3
	1.1.3.	Músculos da mastigação – força mastigatória	5
1.2	. Imp	lantes dentários – solução para a perda dentária	6
	1.2.1.	Procedimento cirúrgico e estabilidade dos implantes dentários	7
	1.2.1.1.	Características dos implantes dentários – efeitos na estabilidade dos imp	plantes.8
	1.2.1.2.	Densidade mineral óssea – efeito na estabilidade dos implantes	12
	1.2.1.3.	Técnica cirúrgica – torque de inserção e diâmetro/velocidade das brocas	s 13
1.3	. Ens	aios mecânicos de fadiga de implantes dentários	14
1.4	. Ens	aios bionanotribológicos de implantes dentários em meio aquoso	17
1.5	. Obj	etivos	20
2.	Materia	is e métodos	21
2.1.	. Car	acterização da espuma rígida de poliuretano e do compósito de epóxi	21
2.2.	. Car	acterização dos implantes dentários e respetivos pilares e parafusos	23
2.3. Norma 14801:2007 para os ensaios de fadiga de implantes denta		ma 14801:2007 para os ensaios de fadiga de implantes dentários	26
2.4.	. Pre	paração dos provetes de poliuretano e epóxi e da saliva artificial	27
2.5	. Pro	cedimento dos ensaios de fadiga para os implantes dentários	31
2.6	. Mic	rotomografia computadorizada (micro-TC)	32
2.7	. Pre	paração das amostras para os ensaios tribológicos	34
2.8.	. Nar	otribologia	35
2.9.	. Mic	roscopia eletrónica de varrimento (MEV) e espectroscopia de raios-X por o	dispersão

	em er	nergia (EDS)	38
	2.10.	Microscopia ótica	40
3.		Resultados e discussão	41
	3.1.	Ensaios de fadiga para os implantes dentários	41
	3.2.	Nanotribologia dos implantes dentários	48
	3.3.	Micro-TC	51
	3.4.	MEV e EDS	54
	3.5.	Microscopia ótica	63
4.		Conclusões	67
5.		Trabalho futuro	68
6.		Referências bibliográficas	69
7		Anexos	76

# Lista de figuras

Figura 1.1 – Divisão e tecidos de um dente posterior (a) [6] e anterior (b) [7] implantados no osso alveolar1
Figura 1.2 – Disposição dos dentes permanentes na metade de uma das arcadas [11]2
Figura 1.3 – Ciclos e fases da mastigação em função do tempo: ciclos de abertura (cycle <sub>(o)</sub> ) e fecho (cycle <sub>(c)</sub> ) da
mandíbula; e fases de abertura lenta (slow open, SO), abertura rápida (fast open, FO), fecho rápido (fast close)
FC) e fecho lento (slow close, SC) [25]
Figura 1.4 – Componentes de um sistema de implante dentário: 1 – implante; 2 – pilar; 3 – coroa; e 4 – parafuso
(a) [39]; comparação entre um dente natural e um sistema de implante dentário ( <b>b</b> ) [40]7
Figura 1.5 – Formas dos implantes dentários: 1 – cilíndrica; 2 – cónica; e 3 – híbrida [33] (a); diâmetros dos
implantes dentários: 1 – estreito; 2 – regular; e 3 – largo [50] (b)8
Figura 1.6 – Tipos de conexão implante-pilar: 1 – hexagonal interna; 2 – hexagonal externa; e 3 – cone Morse [57]9
Figura 1.7 – Imagens de microscopia eletrónica de varrimento (MEV) da superfície de um implante: maquinado
(a); atacado com solução de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> e HCl (b); obtido com jato de partículas de TiO <sub>2</sub> e atacado com solução de
HNO <sub>3</sub> ou HF (c) [10]11
Figura 1.8 – Identificação dos diferentes tipos de osso no maxilar/mandíbula segundo Misch (a) [74]. Densidades
ósseas D1 e D2 da mandíbula anterior ( <b>b</b> e <b>c</b> , respetivamente); D3 da mandíbula posterior ( <b>d</b> ); e D4 do maxilar
posterior (e) [75,76]
Figura 1.9 – Curvas $\sigma_a$ -N <sub>f</sub> para quatro tipos de tratamento superficial: maquinagem; ataque ácido; jato de areia;
e jato de areia + ataque ácido [89]16
Figura 1.10 – Modelo de contato elástico entre uma esfera e um plano, descrito por Hertz [94]18
Figura 2.1 – Comparação das estruturas microscópica (a e c) e macroscópica (b e d) de uma espuma de PU (a e
b) e de osso trabecular (c e d), que possuem uma porosidade fechada e aberta, respetivamente [103, 104]21
Figura 2.11 – Imagens de MEV da superfície de um implante CM tratado com RBM, nas zonas de rosca dupla (a
e b) e de rosca enformada (c) [18]23
Figura 2.12 – Identificação do ângulo de rosca, passo e altura da rosca (a) e do ângulo da superfície interna do
CM (b) num implante dentário [109]24
Figura 2.4 – Implantes, pilares e parafusos correspondentes às conexões implante-pilar e tratamento superficials
HE com RBM [19] (a); CM com HSA [20] (b); e CM com RBM [18, 21] (c)25
Figura 2.5 – Superfícies de rosca dupla (a) e de rosca enformada (b) num implante CM com RBM [109]25
Figura 2.613 – Configuração dos ensaios de fadiga para sistemas de implantes dentários no pior cenário, segundo
a norma ISO 14801:2007: 1 <sup>a</sup> – pino de carregamento; 2 <sup>b</sup> – nível do osso nominal; 3 – pilar; 4 – peça hemisférica

de carregamento; 5 – implante dentário; e 6 – porta-amostra [22]26
<b>Figura 2.7</b> – Preparação dos provetes: serra de rodear (a); espuma de PU e compósito de epóxi após corte (b); e provete montado após secagem da cola (c)
<b>Figura 2.8</b> – Perfuração dos provetes: engenho de furar Rong Fu (a); e conjunto das brocas utilizadas (1 – inicial; 2 – piloto; 3 – cónica DTI 3512; 4 – broca substituta da broca cónica DTI 4012; e 5 – broca substituta da broca de perfil) (b)
<b>Figura 2.9</b> – Colocação dos implantes, pilares e parafusos nos provetes: conjunto dos instrumentos utilizados (1 – torquímetro odontológico; 2 – dispositivo de fixação HGW 4813; 3 – dispositivo Hexa; 4 – dispositivo de fixação HGW 4821; e 5 – dispositivo Torx®) (a); provete após inserção de um implante HE tratado com RBM (b); e provete após colocação do pilar e parafuso sobre um implante CM tratado com RBM (c)
<b>Figura 2.10</b> — Preparação dos ensaios de fadiga: peças hemisféricas de alumínio (1) e aço (2) (a); porta-amostra após a sua produção (b); porta-amostra contendo o recipiente tubular para colocar a saliva artificial (c); e máquina de ensaios mecânicos 8502 da <i>Instron</i> (d)
<b>Figura 2.11</b> – Realização de um ensaio de fadiga a um sistema de implante dentário, em meio de saliva artificial (a e b); e esquema do movimento oscilatório do atuador da máquina de ensaios <i>Instron</i> 8502 (c)32
<b>Figura 2.12</b> — Amostras dos implantes e pilares HE com RBM (1, 4, 7 e 10); CM com RBM (2, 5, 8 e 11); e CM com HSA (3, 6, 9 e 12), com (a) e sem (b) ensaios de fadiga, preparadas para os testes nanotribológicos
<b>Figura 2.13</b> – Configurações: da estrutura funcional do nanotribómetro (1 e 2 – atuadores piezoelétricos lateral e vertical, respetivamente; 3 – <i>cantilever</i> ; 4 – corpo (plano); 5 – contra-corpo (esfera); e 6 – interferómetros de fibra ótica) (a) [23]; e do <i>cantilever</i> e do modelo tribológico de rolamento (b) [24]
<b>Figura 2.1414</b> — Nanotribómetro da <i>CSM Instruments</i> utilizado neste trabalho (a); e preparação de um ensaio nanotribológico com saliva artificial, empregando o <i>cantilever</i> ML-237 (b)
<b>Figura 2.15</b> — Representação esquemática: de um microscópio eletrónico de varrimento [133] (a); e dos sinais emitidos de acordo com a profundidade de interação entre o feixe eletrónico primário e a amostra [134] (b)39
Figura 3.1 – Curva deslocamento vs. número de ciclos obtida para os provetes HE com RBM41
Figura 3.2 – Curva deslocamento vs. número de ciclos obtida para os provetes CM com RBM41
Figura 3.3 – Curva deslocamento vs. número de ciclos obtida para os provetes CM com HSA42
<b>Figura 3.4</b> – Curva $\sigma$ <i>vs.</i> $\varepsilon$ típica de uma espuma rígida de PU (elasto-plástica) sujeita a compressão uniaxial [27]
Figura 3.515 – Variação do deslocamento final em função da frequência (a) e do tipo de conexão (b)48
<b>Figura 3.616</b> – Média dos três coeficientes de atrito obtidos para cada amostra, que não foi (azul) e foi (laranja) submetida aos ensaios de fadiga
Figura 3.7 – Massa perdida das esferas utilizadas em cada amostra, que não foi (azul) e foi (laranja) submetida

aos ensaios de fadiga
<b>Figura 3.817</b> – Imagens reconstruídas de micro-TC referentes ao interior das espumas das amostras A (HE com RBM) (a); D (CM com RBM) (b); e F (CM com HSA) (c), após os ensaios de fadiga
Figura 3.9 – Imagens reconstruídas de micro-TC da superfície exterior dos implantes referentes às amostras A (HE com RBM) (a); D (CM com RBM) (b); e F (CM com HSA) (c), após os ensaios de fadiga
Figura 3.10 – Imagens de MEV das espumas pertencentes às amostras A (HE com RBM) (a), C (CM com RBM) (b) e G (CM com HSA) (c), após os ensaios compressivos de fadiga. Linha azul – representação da área da espuma afetada pelo respetivo implante. Linha laranja – representação das bandas de deformação geradas durante os ensaios de fadiga
<b>Figura 3.11</b> – Imagens de MEV dos pilares e implantes da conexão HE com RBM, sem (a e b) e com (c e d) ensaios de fadiga (amostras X e A, respetivamente)
<b>Figura 3.12</b> – Imagens de MEV dos pilares e implantes da interface CM com RBM, sem (a e b) e com (c e d) ensaios de fadiga (amostras Y e C, respetivamente)
<b>Figura 3.13</b> – Imagens de MEV dos pilares e implantes da conexão CM com HSA, sem (a e b) e com (c e d) ensaios de fadiga (amostra Z e G, respetivamente)
Figura 3.14 – Espectro químico e imagem de MEV do implante G, correspondentes ao terceiro teste de EDS60  Figura 3.15 – Imagens de MEV da segunda pista de desgaste efetuada no pilar A (HE com RBM), com ampliações de 700x (a) e 1500x (b)
<b>Figura 3.16</b> – Imagens de MEV da terceira pista de desgaste efetuada no implante A (HE com RBM), com ampliações de 700x (a) e 1500x (b)
<b>Figura 3.17</b> – Imagens de MEV da primeira pista de desgaste efetuada no pilar C (CM com RBM), com ampliações de 700x (a) e 1500x (b)
<b>Figura 3.18</b> – Imagens de MEV da segunda pista de desgaste realizada no implante C (CM com RBM), com ampliações de 700x ( <b>a</b> ) e 1500x ( <b>b</b> )
<b>Figura 3.19</b> – Imagens de MEV da primeira pista de desgaste efetuada no pilar G (CM com HSA), com ampliações de 700x (a) e 1500x (b)
<b>Figura 3.20</b> – Imagens de MEV da terceira pista de desgaste efetuada no implante G (CM com HSA), com ampliações de 700x (a) e 1500x (b)
<b>Figura 3.21</b> – Imagens de microscópio ótico da segunda pista de desgaste efetuada no pilar X (HE com RBM), com ampliações de 20x (a) e 50x (b)
<b>Figura 3.22</b> – Imagens de microscópio ótico da segunda pista de desgaste efetuada no pilar A (HE com RBM), com ampliações de 20x (a) e 50x (b)
Figura 3 23 – Imagens de microscónio ótico da terceira nista de desgaste efetuada no implante X (HE com RRM)

com ampliações de 20x (a) e 50x (b)64
<b>Figura 3.24</b> – Imagens de microscópio ótico da terceira pista de desgaste efetuada no implante A (HE com RBM), com ampliações de 20x (a) e 50x (b)
<b>Figura 3.25</b> – Imagens de microscópio ótico da primeira pista de desgaste efetuada no pilar Y (CM com RBM), com ampliações de 20x (a) e 50x (b)
<b>Figura 3.26</b> – Imagens de microscópio ótico da primeira pista de desgaste efetuada no pilar C (CM com RBM), com ampliações de 20x (a) e 50x (b)
<b>Figura 3.27</b> – Imagens de microscópio ótico da segunda pista de desgaste efetuada no implante Y (CM com RBM), com ampliações de 20x (a) e 50x (b)
<b>Figura 3.28</b> – Imagens de microscópio ótico da segunda pista de desgaste efetuada no implante C (CM com RBM), com ampliações de 20x (a) e 50x (b)65
<b>Figura 3.29</b> – Imagens de microscópio ótico da primeira pista de desgaste efetuada no pilar Z (CM com HSA), com ampliações de 20x (a) e 50x (b)66
<b>Figura 3.30</b> – Imagens de microscópio ótico da primeira pista de desgaste efetuada no pilar G (CM com HSA), com ampliações de 20x (a) e 50x (b)
<b>Figura 3.31</b> – Imagens de microscópio ótico da terceira pista de desgaste efetuada no implante Z (CM com HSA), com ampliações de 20x (a) e 50x (b)
Figura 3.32 – Imagens de microscópio ótico da terceira pista de desgaste efetuada no implante G (CM com HSA),

# Lista de tabelas

Tabela 1.1 – Caracterização e função de cada tipo de dente humano adulto [2, 3]
Tabela 1.2 – Quantidade média de alguns dos componentes orgânicos e inorgânicos existentes na saliva humana
tanto em repouso e como sob estimulação mastigatória [16, 17]
Tabela 1.3 – Classificação de Misch para a densidade mineral óssea [43, 73, 74]12
Tabela 2.1 – Propriedades e características da espuma celular rígida de poliuretano e do compósito de epóx
preenchido com fibras curtas [98–100, 105–107]22
Tabela 2.2 – Características dos implantes e pilares adquiridos à DIO Implant® [49, 109, 113, 116]24
Tabela 2.3 – Etapas da perfuração adaptada para os implantes regulares HE e CM numa densidade óssea
D2/D329
Tabela 2.4 – Etapas da colocação adaptada para os implantes regulares HE e CM e respetivos pilares e parafusos
[49]
Tabela 2.5 – Composição da saliva artificial preparada30
<b>Tabela 2.6</b> – Propriedades físicas e elásticas do Ti CP grau 4 e do Ti₅Al₄V grau 5 [63, 98, 132]38
Tabela 3.1 – Características dos ensaios de fadiga e das curvas deslocamento vs. número de ciclos para os
provetes HE com RBM, realizados tanto no presente trabalho como no trabalho efetuado por Bicudo [98]44
Tabela 3.2 – Características dos ensaios de fadiga e das curvas deslocamento vs. número de ciclos para os
provetes CM com RBM, realizados tanto no presente trabalho como no trabalho efetuado por Bicudo [98]45
Tabela 3.3 – Características dos ensaios de fadiga e das curvas deslocamento vs. número de ciclos para os
provetes CM com HSA, realizados no presente trabalho46
Tabela 3.4 – Valores do deslocamento e número do ciclo finais, obtidos através da curva de cada provete
ensaiado
<b>Tabela 3.5</b> – Massa das esferas utilizadas em cada amostra, antes e depois dos ensaios nanotribológicos53
<b>Tabela 3.6</b> – Parâmetros microestruturais obtidos durante a fase de análise 3D das espumas de PU52
Tabela 3.7 – Elementos presentes na superfície dos implantes sem e com ensaios de fadiga, detetados por
EDS59

## Lista de símbolos

a Raio da área de contato entre a esfera e o plano

A Amplitude da força de ensaio

 $A_c$  Área de contato entre a esfera e o plano

 $\theta_{CM}$  Ângulo da sua superfície interna do cone Morse

 $\theta_t$  Ângulo da rosca do implante

Canhão do pilar

 $\emptyset_a$  Diâmetro do ápice do implante

Ø<sub>b</sub> Diâmetro da broca

 $\emptyset_d$  Diâmetro do dispositivo cirúrgico

 $\phi_h$  Diâmetro do hexágono (externo ou interno) do implante

 $\emptyset_n$  Diâmetro do pescoço do implante ou pilar

 $\emptyset_{m p}$  Diâmetro da plataforma do implante ou pilar

arepsilon Deformação

 $oldsymbol{arepsilon}_{max}$  Extensão máxima

E Módulo de Young à compressão

E<sub>c</sub> Módulo elástico composto de dois corpos em contato

E<sub>1</sub> Módulo elástico do material da esfera

E<sub>2</sub> Módulo elástico do material do plano

Força do carregamento exercida pela máquina de ensaios

 ${\it F}_{\it max}$  Força máxima de fadiga

 ${\it F}_{mean}$  Força média do carregamento exercido pela máquina de ensaios

 $m{F}_{min}$  Força mínima de fadiga

 $F_N$  Força normal de compressão

 ${\it F}_{\it T}$  Força tangencial de atrito

**F**<sub>0</sub> Força adesiva

 $h_t$  Altura da rosca

 $k_x$  Constante lateral da mola do cantilever

 $k_z$  Constante vertical da mola do cantilever

 $\Delta oldsymbol{l}_x$  Deslocamento lateral do par tribológico

 $\Delta oldsymbol{l_z}$  Deslocamento vertical do par tribológico

l Distância entre o centro do carregamento e a superfície do porta-amostra

L Comprimento do implante ou pilar

M Massa molecular de um elemento

 $M_p$  Momento plástico total

 $m_{final}$  Massa da esfera depois do ensaio nanotribológico

 $m_{inicial}$  Massa da esfera antes do ensaio nanotribológico

 $m{m}_{perdida}$  Massa perdida da esfera

n Número de ciclos

 $oldsymbol{n_f}$  Número de ciclos final

ρ Densidade óssea

p Passo da rosca

 $p_{max}$  Pressão máxima na região de contato

 $p_{mean}$  Pressão média na região de contato

**R** Raio da esfera

**R**<sub>a</sub> Rugosidade média

 $R_{min/max}$  Razão das tensões mínima/máxima num ciclo de carga

t Espessura da parede celular

 $\mu$  Coeficiente de atrito

v Coeficiente de Poisson

 $v_1$  Coeficiente de Poisson do material da esfera

 $v_2$  Coeficiente de Poisson do material do plano

**Z** Número atómico de um elemento

 $\sigma$  Tensão

 $oldsymbol{\sigma_{pl}^*}$  Tensão do colapso plástico

 $\sigma_{
m y}$  Tensão de cedência à compressão

## Lista de abreviaturas

**a.C.** Antes de Cristo

**ASTM** American Society for Testing and Materials

**BMD** Bone Mineral Density

**BSEs** BackScattered Electrons

BS/BV Bone Surface/Volume ratio

BV/TV Percent Bone Volume

**CAMI** Coated Abrasive Manufacturers Institute

**CCD** Charged-Coupled Device

**CM** Cone Morse

**CPP** Calcium PyroPhosphate

cycle<sub>(c)</sub> Close cycle

cycle<sub>(o)</sub> Open cycle

**D**A Degree of Anisotropy

**ED**S Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy

**E.U.A.** Estados Unidos da América

**FC** Fast Close

**FD** Fractal Dimension

**FDK** Algoritmo de feixe cónico Feldkamp-Davis-Kress

**FEG-SEM** Field Emission Gun-Scanning Eletron Microscope

**FO** Fast Open

**FOV** Field Of View

**HA** Hidroxiapatite

HE Hexagonal Externa

Hexa Encaixe Hexagonal

HI Hexagonal Interna

**HSA** Hybrid Sandblasted Acid etched

**HU** Hounsfield units

**ISO** International Organization for Standardization

**ISQ** Implant Stability Quotient

IST Instituto Superior Técnico

JEOL Japan Electro-Optics Laboratory

Laboratório de Tecnologias Oficinais

MEV Microscopia (ou Microscópio) Eletrónico(a) de Varrimento

micro-TC microTomografia Computadorizada

**ppm** Partes por milhão

**PU** PoliUretano

**RBM** Resorbable Blast Media

**ROI** Region Of Interest

**rpm** Rotações por minuto

SC Slow Close

**SES** Secondary Electrons

**SLA** Sand blasted Acid etched

**SMI** Structure Model Index

**SNR** Signal-to-Noise Ratio

**SO** Slow Open

**Tb.N** Trabecular Number

**Tb.Sp** Trabecular Separation

**Tb.Th** Trabecular Thickness

TC Tomografia Computorizada

TCP TriCalcium Phosphate

Ti CP Titânio Comercial Puro

TTCP TeTraCalcium Phosphate

**VOI** Volume Of Interest

vs. Versus

**3D** TriDimensional

# 1. Introdução

#### 1.1. Cavidade oral e suas estruturas dinâmicas

A boca é uma abertura situada na unidade crânio-facial que desempenha várias funções, nomeadamente ao nível da respiração, comunicação verbal e comportamental, e sensibilidade a estímulos químicos [1, 2]. No entanto, a sua principal função reside na mastigação e insalivação dos alimentos introduzidos para formar o bolo alimentar, dando assim início à digestão [1]. Diversas estruturas dinâmicas localizadas dentro ou em torno da boca auxiliam neste papel, como os dentes, as glândulas salivares, as articulações, os músculos e os ossos [2].

#### 1.1.1. **Dentes**

Os dentes são estruturas inseridas na base óssea da cavidade oral, que é constituída pelo maxilar e pela mandíbula.

Em termos de divisão, um dente é composto por duas partes: a coroa e a raiz (figura 1.1 a e b). A coroa representa a parte mais visível do dente na boca [3] e pode apresentar uma aresta incisiva ou uma ou várias cúspides. A raiz corresponde à parte que fica implantada no osso alveolar (ou alvéolo) [2], e pode ser simples, bifurcada ou trifurcada (com uma, duas ou três extensões, respetivamente).

Em relação aos tecidos, um dente é formado por quatro composições diferentes: esmalte, dentina, cemento e polpa (figura 1.1 a e b) [2, 3]. Os três primeiros tecidos possuem uma matriz inorgânica constituída essencialmente por hidroxiapatite (fosfato de cálcio cristalino), o mesmo mineral que constitui a matriz inorgânica do osso [4, 5].

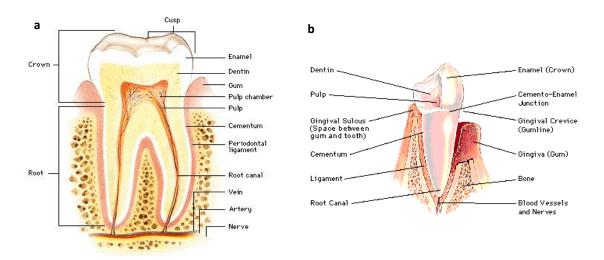


Figura 1.1 – Divisão e tecidos de um dente posterior (a) [6] e anterior (b) [7] implantados no osso alveolar.

O esmalte é um tecido acelular que forma a camada mais exterior da coroa [4]. É o mais duro do corpo humano, estando apto para resistir tanto às tensões provocadas pelas forças da mastigação como às mudanças de temperatura [3, 5]. A dentina é um tecido celular que abrange a parte interior do dente, responsável pelo suporte do esmalte [8]. O cemento é uma camada fina que ajuda a estabilizar a raiz do dente ao osso alveolar, através dos ligamentos periodontais [9]. A componente orgânica tanto da dentina como do cemento é composta principalmente por colagénio tipo I, uma proteína estruturante que orienta a deposição mineral num determinado eixo, originando assim uma "estrutura com propriedades biomecânicas ótimas". Atendendo às matrizes orgânica e inorgânica, o cemento e a dentina têm uma composição muito similar à do osso [4]. No que diz respeito à dureza, os tecidos dentários podem ser organizados por ordem crescente: osso < cemento < dentina < esmalte [3]. Ao contrário dos tecidos dentários já mencionados, a polpa é um tecido mole. Está rodeada pela dentina e é constituída por vasos sanguíneos e linfáticos, nervos, tecido conjuntivo e células [10].

Num adulto, a dentição humana designa-se por dentição permanente e é normalmente constituída por 32 dentes: metade na mandíbula e outra metade no maxilar (figura 1.2). Em cada arcada dentária existem 4 incisivos, 2 caninos, 4 pré-molares e 6 molares [9].

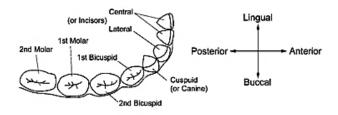


Figura 1.2 – Disposição dos dentes permanentes na metade de uma das arcadas [11].

Cada tipo de dente realiza uma determinada função no processo mastigatório, tendo em conta a forma da coroa, o seu tamanho e a localização na boca (tabela 1.1). Na parte anterior da boca, os incisivos e caninos são guarnecidos com uma aresta incisiva e uma cúspide na coroa, respetivamente, capaz para cortar e perfurar os alimentos. Na parte posterior da cavidade bucal, os pré-molares e molares possuem uma coroa com múltiplas cúspides que funcionam como estruturas de trituração [2, 3]. No seu conjunto, os dentes ajudam a fragmentar os alimentos para posteriormente serem deglutidos através da faringe [1].

Tabela 1.1 – Caracterização e função de cada tipo de dente humano adulto [2, 3].

Localização na boca	Tipo de dente			Raiz <sup>1</sup>	Forma da coroa	Função
	Incisivos	maxilares		Aresta incisi Simples Cúspide	Aresta incisiva	Cortar alimentos
Parte	centrais e lateriais	mandibulares				
anterior	Caninos	maxilares			Cúspido	Perfurar e rasgar
		mandibulares			Cuspide	alimentos
	Pré- molares	maxilares	1ºs pré-molares	Bifurcada	Bi ou tricúspide	Perfurar e
Parte			2ºs pré-molares	Simples	(2 ou 3	esmagar
posterior		mandibulares		Simples	cúspides)	alimentos
posterior	Molares	maxilares		Trifurcada	4 ou 5 cúspides	Esmagar
		mandibulares		Bifurcada		alimentos

#### 1.1.2. Glândulas salivares e saliva

A saliva é um fluido essencial à preservação dos tecidos orais, como os dentes e as mucosas. A sua produção e modificação é realizada pelas glândulas salivares maiores e menores, através das peças terminais secretoras (ácinos ou células acinares) e de um sistema de ductos ramificados (intercalares, estriados e excretores) [5, 12]. Conforme o conteúdo de glicoproteína mucina ou de enzima  $\alpha$ -amílase, que concedem características viscoelásticas ou serosas, respetivamente, a saliva pode ser classificada como mucosa, serosa ou seromucosa [13].

Fora da cavidade oral, existem três pares de glândulas salivares maiores bilateralmente emparelhadas — as parótidas, submandibulares e sublinguais [12]. As parótidas são as maiores glândulas salivares e secretam uma saliva serosa rica em proteínas e  $\alpha$ -amílase. As submandibulares produzem uma saliva aquosa idêntica à segregada pelas parótidas, mas incluem uma pequena quantidade de mucinas. As sublinguais são as glândulas salivares emparelhadas mais pequenas, com ácinos mais mucosos do que serosos, secretando por isso uma saliva viscosa [5].

Dentro da boca, especialmente na camada submucosa, encontram-se mais de 600 glândulas salivares menores – as labiais, linguais, bucais, incisivas, molares e palatinas [13, 14]. Estas secretam uma saliva predominantemente mucosa constituída por mucinas, imunoglobulinas secretoras e proteínas antimicrobianas [15].

As secreções serosas e mucosas das glândulas maiores e menores são então libertadas para a cavidade oral e misturadas com células epiteliais orais descamadas; microrganismos e detritos

<sup>1</sup> A caracterização das raízes de cada tipo de dente pode variar conforme a genética de cada indivíduo [29].

alimentares para formar a saliva total. Dependendo do tipo de glândula salivar, bem como do seu estado – em repouso ou sob estimulação neuronal/química – a taxa de fluxo salivar varia [12, 16]. Segundo Humphrey *et al*, um homem adulto produz cerca de 1,0 a 1,5 L de saliva total por dia [12].

No final, a saliva é hipotónica e composta por mais de 99 % de água. A restante percentagem é reservada às substâncias inorgânicas (eletrólitos), como o potássio, sódio, fosfatos, cálcio, bicarbonato e fluoreto, e às substâncias orgânicas, incluindo glicoproteínas (mucinas), proteínas e enzimas (α-amílase, lisozima, anidrase carbónica), produtos azotados (ureia e amónia), entre outras (imunoglobulina A secretora, glucose). Ambos os componentes estão presentes em baixas quantidades na saliva (tabela 1.2), mas em geral os eletrólitos encontram-se em maior quantidade do que os componentes orgânicos [12, 17]. Apesar de existirem algumas variações na concentração dependendo do fluxo salivar, os constituintes podem interagir entre si para desempenhar inúmeras funções para a cavidade bucal: proteção e lubrificação; ação antimicrobiana; digestão e gustação; reparação tecidual; lavagem e tamponamento; e manutenção da integridade dos dentes [5, 12].

**Tabela 1.2** – Quantidade média de alguns dos componentes orgânicos e inorgânicos existentes na saliva humana, tanto em repouso e como sob estimulação mastigatória [16, 17].

Constituintes			Quantidade média		
			Repouso	Estimulação	
		Cloreto (Cl <sup>-</sup> ) (mmol/L)	16,40	18,09	
	S	Fosfatos (H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> e HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ) (mmol/L)	5,69	2,70	
	Aniões	Bicarbonato (HCO <sub>3</sub> -) (mmol/L)	5,47	16,03	
icos	Aı	Tiocianato (SCN <sup>-</sup> ) (mmol/L)	0,70	0,34	
Inorgânicos		Fluoreto (F <sup>-</sup> ) (μmol/L)	1,37	1,16	
Inor		Potássio (K <sup>+</sup> ) (mmol/L)	19,47	13,62	
	Catiões	Sódio (Na <sup>+</sup> ) (mmol/L)	5,76	20,67	
	Cati	Cálcio (Ca <sup>2+</sup> ) (mmol/L)	1,32	1,47	
		Magnésio (Mg <sup>2+</sup> ) (mmol/L)	0,20	0,15	
		Mucinas (mg/L)	1270	780	
rânicos		Imunoglobulina A secretora (mg/L)	76,1	37,8	
	<u>;</u>		317	453	
			28,9	23,2	
Č	5	Glucose (μmol/L)	79,4	32,4	
		Amónia (NH₄) (mmol/L)	6,86	2,57	
		Ureia (mmol/L)	3,57	2,65	

O metabolismo dos açúcares realizado pelas bactérias orais ou a ingestão de alimentos muito

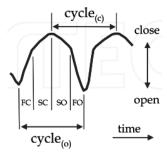
ácidos libertam iões de hidrogénio (H<sup>+</sup>) que fazem diminuir o pH normal da saliva [18, 19]. Este fluido passa então de um pH estável entre 6,7 e 7,4 [5] para um pH inferior a 5,5 [16, 18]. Neste caso, vários mecanismos são ativados por diversos constituintes inorgânicos, para que a composição da saliva seja equilibrada e a desmineralização do esmalte seja impedida, como por exemplo aquele induzido pelo ião de bicarbonato ( $HCO_3^-$ ) (equação 1.1) [5, 12, 16, 18, 20].

$$H^{+} + HCO_{3}^{-} \leftrightarrow H_{2}CO_{3} \stackrel{carb\'{o}nica}{\longleftrightarrow} H_{2}O + CO_{2}$$
 (1.1)

Outra substância descrita como benéfica para a manutenção da integridade dos dentes é o fluoreto, que atua de três maneiras diferentes: impede o processo de desmineralização; promove a remineralização; e interfere com o metabolismo e crescimento bacterianos [21]. Efetivamente, a utilização tópica de fluoreto em tão baixas concentrações como 0,03 partes por milhão (ppm) é suficiente para impedir a dissolução dos cristais de hidroxiapatite [18, 22]. No entanto, a concentração de fluoreto encontrada na saliva em repouso é ligeiramente inferior (0,02603 ppm), o que poderá não ser suficiente para inibir a formação de cáries (anexo A1).

#### 1.1.3. Músculos da mastigação – força mastigatória

A mastigação é um processo sensório-motor e visceral que tem como função reduzir as partículas alimentares e formar o bolo alimentar, de modo a ser deglutido [23, 24]. Tipicamente, uma sequência mastigatória é formada por três séries de "padrões de movimentos mandibulares rítmicos", que vão desde a ingestão e redução dos alimentos até à sua deglutição [24, 25]. Cada uma destas séries é composta por vários ciclos mastigatórios, que incluem a abertura (cycle<sub>(o)</sub>) e fecho (cycle<sub>(c)</sub>) da mandíbula a diferentes velocidades em função do tempo (figura 1.3) [25].



**Figura 1.3** – Ciclos e fases da mastigação em função do tempo: ciclos de abertura (cycle<sub>(o)</sub>) e fecho (cycle<sub>(c)</sub>) da mandíbula; e fases de abertura lenta (*slow open*, SO), abertura rápida (*fast open*, FO), fecho rápido (*fast close*, FC) e fecho lento (*slow close*, SC) [25].

A força de oclusão entre as arcadas dentárias superior e inferior, bem como a frequência dos ciclos mastigatórios, variam dependendo de múltiplos fatores: tamanho, dureza, elasticidade, plasticidade e textura dos alimentos [23, 26]; género e idade do indivíduo [27, 28]; número e tipo/localização dos dentes [29]; desenvolvimento muscular [27]; e doenças temporomandibulares [30]. Para tentar compreender estes aspetos, inúmeros estudos têm sido feitos.

Em 1976, Helkimo *et al* verificaram que, na generalidade, o género afeta a força máxima de mordida. Nos homens, essa força foi de 382 N para os molares e 176 N para os incisivos; ao passo que nas mulheres foi de 216 N para os molares e 108 N para os incisivos [28]. Em 2004, Peyron *et al* apuraram que a frequência da mastigação (número de ciclos/duração da sequência) é ligeiramente mais elevada nas mulheres (1,45 Hz) do que nos homens (1,30 Hz) [27]. Ou seja, para o mesmo número de ciclos, as mulheres demoram menos tempo a mastigar um determinado alimento do que os homens.

Dada a complexidade da determinação da força oclusal exercida, os valores de força máxima podem ser bastante discrepantes, variando muito entre diferentes autores [31, 32]. Anusavice definou intervalos de força para cada tipo de dente, sendo: 400 a 890 N para os molares; 222 a 445 N para os pré-molares; 133 a 334 N para os caninos; e 89 a 111 N para os incisivos [32]. Outros autores obtiveram médias fora desses intervalos (exceto a dos caninos), mas são igualmente plausíveis dadas as condições experimentais: 294 N, 186 N, 147 N e 137 N para os molares, pré-molares, caninos e incisivos, respetivamente [28].

Como se pode constatar, a força da mordida depende de um conjunto de fatores que não se podem dissociar uns dos outros, pelo que não existe um valor específico para cada tipo de dente. Não obstante, é importante ter conhecimento sobre as forças mastigatórias possíveis, principalmente aquando do fabrico e *design* de dispositivos biomecânicos que necessitam de transmitir essas forças, como os implantes dentários [29, 33].

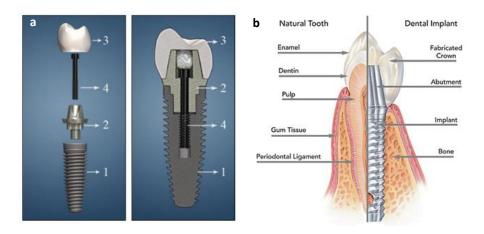
#### 1.2. Implantes dentários – solução para a perda dentária

A perda dos dentes naturais é um fenómeno muito comum nos dias de hoje. Em 2015, o Il Barómetro Nacional de Saúde Oral estimou que apenas 28 % da população possui a dentição completa [34]. Múltiplas causas estão associadas ao edentulismo parcial e total, nomeadamente doenças, traumas e ausência de higiene bucal adequada, que pode levar ao aparecimento de cáries dentárias e posterior extração do(s) dente(s) afetado(s).

Uma das formas existentes para restaurar a função estética e/ou mastigatória de um indivíduo que perdeu dentes são os implantes dentários [35]. Inúmeras referências têm sido feitas à utilização

destes dispositivos ao longo da História. Há aproximadamente 2500 anos antes de Cristo (a.C.), os antigos egípcios moldaram dentes a partir de marfim e tentaram fixá-los à base óssea das arcadas dentárias com fios de ouro [36, 37]. Em 1913, Greenfield desenhou um dos primeiros sistemas de implantes dentários, constituído por uma raiz artificial cilíndrica e oca feita de irídio de platina e uma coroa de ouro [38]. Atualmente, os sistemas de implantes dentários são a primeira escolha para substituir a ausência dos dentes, já que melhor mimetizam a anatomia e função dos mesmos [35].

Por norma, um sistema de implante dentário é composto por quatro peças: o implante, que substitui a raiz natural dos dentes; a coroa, que representa a coroa natural; o pilar, que promove a ligação implante-coroa; e o parafuso, que faz a união entre o implante e o pilar (figura 1.4 a e b) [39].



**Figura 1.4** – Componentes de um sistema de implante dentário: 1 – implante; 2 – pilar; 3 – coroa; e 4 – parafuso (a) [39]; comparação entre um dente natural e um sistema de implante dentário (b) [40].

#### 1.2.1. Procedimento cirúrgico e estabilidade dos implantes dentários

O procedimento cirúrgico mais utilizado na inserção de sistemas de implantes consiste em duas fases. Na primeira etapa (cirúrgica), o implante é encaixado no osso do maxilar/mandíbula, ficando debaixo do tecido gengival [33, 41, 42]. A gengiva é suturada na "ausência de mobilidade do implante no leito implantar", verificando-se as condições de estabilidade primária [43, 44]. Depois de 3 a 6 meses de recuperação [41], o implante terá alcançado a estabilidade secundária, derivada do "processo de cicatrização e remodelação óssea na interface implante-osso" [43]. Observa-se a chamada osteointegração, descoberta por Per-Ingvar Brånemark *et al* em 1969, que se baseia no crescimento de osso trabecular sobre a superfície do implante, sem a intervenção de tecido conjuntivo [44–46]. Nesta altura, procede-se então à segunda fase (prostética) do procedimento, que consiste em aparafusar o pilar à parte superior do implante [42, 44].

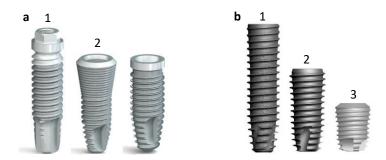
De acordo com Atsumi et al, Javed et al e Oliscovicz et al, existem vários fatores que

influenciam a estabilidade de um implante endósseo. A estabilidade primária depende principalmente de fatores mecânicos, tais como a qualidade e quantidade de osso; características do implante; e técnica cirúrgica [41, 45, 47]. A estabilidade secundária depende mais de fatores biológicos, como a regeneração e modelação ósseas, mas também depende da estabilidade primária [41, 43]. Se a estabilidade primária não for atingida, ocorre a formação de uma cápsula fibrosa em torno do implante que, consequentemente, impede a ancoragem das células ósseas à superfície do mesmo [47]. Caso o implante seja bem imobilizado, a formação de tecido conjuntivo não ocorre e o fenómeno da osteointegração é bem-sucedido. Desta forma, as cargas funcionais da mastigação são distribuídas apropriadamente [33, 45].

#### 1.2.1.1. Características dos implantes dentários – efeitos na estabilidade dos implantes

Com o intuito de melhorar a distribuição das tensões pela base óssea recetora, através do aumento da estabilidade primária e da osteointegração, a Implantologia tem desenvolvido um leque de implantes que variam em diversas características: forma, diâmetro, comprimento, distância entre cada rosca, geometria da conexão implante-pilar, existência de zonas auto-perfurantes, composição do material, tratamento superficial e rugosidade [33, 45, 48].

No que diz respeito à forma dos implantes, existem três tipos: cilíndrica, cónica ou híbrida (figura 1.5 a) [33]. O diâmetro dos mesmos pode ser classificado como estreito, regular ou largo (figura 1.5 b) [49, 50], enquanto o seu comprimento pode ser definido como curto, médio ou longo [51–53]. Dependendo dos autores ou das empresas que fabricam implantes dentários, os limites para estas classificações divergem. Por exemplo, a empresa DIO• Implant® estabeleceu que o diâmetro dos implantes UF(II) HSA estreitos, regulares e largos é entre 3,0 a 3,3 mm; 3,8 a 5,5 mm; e 6,0 a 7,0 mm, respetivamente [49]. Olate *et al* definiu que os implantes curtos, médios e longos possuem um comprimento entre 6 a 9 mm; 10 a 12 mm; e 13 a 18 mm, respetivamente [52].



**Figura 1.5** – Formas dos implantes dentários: 1 – cilíndrica; 2 – cónica; e 3 – híbrida [33] (a); diâmetros dos implantes dentários: 1 – estreito; 2 – regular; e 3 – largo [50] (b).

Um estudo conduzido por Barikani *et al* em 2014 concluiu que, independentemente do comprimento ou diâmetro, os implantes cónicos têm uma estabilidade primária superior à dos implantes cilíndricos de Brånemark, pois são capazes de exercer uma maior força compressiva sobre a camada cortical [54, 55]. No entanto, dependendo do grau de conicidade, estes implantes podem causar uma compressão demasiado elevada que conduz à morte celular, necrose e, finalmente, reabsorção óssea, comprometendo a estabilidade primária [55]. Através destes resultados, parte-se do princípio que, possivelmente, os implantes mais estáveis não são totalmente cilíndricos nem cónicos, mas sim resultantes da fusão de ambas as formas (implantes híbridos).

A influência do comprimento e diâmetro dos implantes na estabilidade primária ainda não é clara entre diferentes autores e não será abordada neste trabalho [44, 51, 52, 54, 56].

No que concerne às conexões implante-pilar, as mais conhecidas são: hexagonal externa (HE), hexagonal interna (HI) e cone Morse (CM) (figura 1.6). Implantes com estas geometrias diferem entre si pela estrutura na sua "cabeça" [57]. Um dos fatores que tende a abalar a estabilidade da configuração HE é a existência de uma microlacuna entre o pilar e o implante, capaz de produzir micromovimentos que promovem a perda óssea. Dada a maior área de conexão, a ligação HI tem uma melhor distribuição da carga pelo corpo do implante do que a configuração HE, quando ambas são sujeitas a uma força horizontal de 30 N [58]. Por sua vez, Feitosa *et al* refere que a conexão CM consegue ser ainda mais estável do que as restantes configurações em ensaios cíclicos de fadiga [59]. Visto que funciona como um selo hermético que veda a microlacuna, o CM não só tem uma menor probabilidade de perder o pilar-parafuso como também impede a acumulação de bactérias na junção implante-pilar [59, 60].



**Figura 1.6** — Tipos de conexão implante-pilar: 1 — hexagonal interna; 2 — hexagonal externa; e 3 — cone Morse [57].

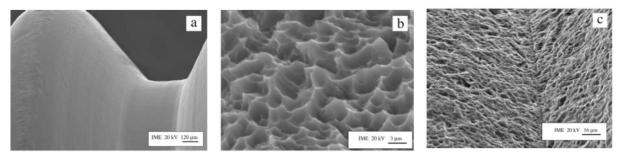
Desde os metais aos cerâmicos, diversos tipos de material já foram relatados no fabrico de

implantes dentários [61]: titânio comercial puro (Ti CP, grau 1 a 4), ligas de titânio (Ti<sub>6</sub>Al₄V, grau 5), aço inoxidável, alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e zircónia (ZrO<sub>2</sub>) [62–65]. Conforme a composição do implante, as células adsorvidas na sua superfície, logo após implantação, acionam diferentes reações. Na presença de materiais bioinertes, como o aço inoxidável, alumina e zircónia, o mecanismo associado ao encapsulamento fibroso pode ser ativado; perante materiais bioreativos, como o revestimento de hidroxiapatite, os tecidos biológicos podem provocar alterações iónicas na sua superfície, levando à reabsorção do biomaterial. Até agora, os materiais mais adequados para a osteointegração são os bioativos, pelo que estão disponíveis comercialmente para produzir implantes dentários [33]. O titânio é originalmente muito reativo; contudo, a sua capacidade para formar um filme estável de dióxido de titânio (TiO<sub>2</sub>) poucos nanossegundos depois de estar com contato com o oxigénio (O<sub>2</sub>), transforma este metal num material bioativo. Ao adquirir uma textura granulada, bem como uma elevada resistência à corrosão, graças à passividade eletroquímica da película oxidativa, o titânio é raramente rejeitado pelo organismo humano. Além de extremamente durável e forte, possui também uma ótima relação entre peso e tensão, o que lhe permite resistir às elevadas forças da mastigação [64, 66]. Com estas características, os implantes de Ti CP e Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V são dos mais compatíveis com os tecidos vivos, por permitirem a fixação do osso trabecular e da gengiva na sua superfície [62, 67].

Tão importante para a manutenção da estabilidade do implante como o tipo de material, é o tipo de superfície que fica em contato com o tecido ósseo. Após o fabrico do dispositivo, diversos tratamentos superficiais podem ser aplicados, entre os quais a maquinagem, o jato de areia ou o ataque ácido [36, 37]. O primeiro tratamento superficial a ser utilizado nos implantes de titânio de Brånemark foi a maquinagem (figura 1.7 a) [68]. Este método faz uso de um componente abrasivo e de um componente lubrificante para desbastar mecanicamente a matéria-prima, até se obter a superfície desejada. Tendo em conta que o valor da sua rugosidade média ( $R_a$ ) se encontra entre 0,3 e 1,0  $\mu$ m, a superfície dos implantes maquinados é classificada como lisa (< 0,5  $\mu$ m) ou minimamente rugosa (0,5 a 1,0  $\mu$ m) [67]. É constituída por um filme amorfo de TiO<sub>2</sub> (2 a 17 nm de espessura) e é caraterizada por sulcos orientados pela direção do tratamento, através dos quais as células ósseas irão proliferar [66]. Apesar de a maquinagem ter apresentado um *feedback* positivo no desempenho da sua função, atualmente existem outros acabamentos superficiais que oferecem uma melhor osteointegração [44, 69].

Em 2008, os resultados apresentados por Elias *et al* revelaram que implantes de titânio tratados com ataque ácido e com jato de areia tinham uma área média de pico e de vale superior à dos implantes sujeitos a maquinagem. Porém, foram as superfícies maquinadas e com jato de areia que demonstraram valores de rugosidade maiores, já que o contato com uma solução líquida (ácida) não é capaz de provocar ranhuras tão profundas como as causadas pela projeção/fricção de materiais

sólidos. No ataque ácido, os implantes foram imersos numa solução de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) e ácido clorídrico (HCI) (figura 1.7 b). No jato de areia, a superfície dos implantes foi primeiro sujeita à projeção de partículas de  $TiO_2$  e, depois, ao ataque de uma solução de ácido nítrico ( $HNO_3$ ) ou ácido fluorídrico (HF) (figura 1.7 c) [42]. Este último passo é fundamental para finalizar o tratamento de jato de areia em implantes comerciais, pois os ácidos fortes ajudam a remover as partículas que ficaram incrustadas na sua superfície, impedindo-as de interferir com a estabilidade secundária [67, 70]. Por norma, uma superfície obtida com jato de areia (neste caso, também com ataque ácido) é classificada como moderadamente rugosa ( $R_a$  entre 1,0 e 2,0  $\mu$ m), e a  $R_a$  de uma superfície tratada apenas com ácido mantém-se igual ao das superfícies maquinadas [67].



**Figura 1.7** – Imagens de microscopia eletrónica de varrimento (MEV) da superfície de um implante: maquinado (a); atacado com solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e HCl (b); obtido com jato de partículas de TiO<sub>2</sub> e atacado com solução de HNO<sub>3</sub> ou HF (c) [10].

Com base no torque de remoção dos implantes, os autores verificaram que o aumento da força de adesão das células osteogénicas sobre a raiz artificial estava intimamente ligado ao aumento da rugosidade e da área de contato superficial. Por esta razão, as superfícies tratadas com jato de areia ou ataque ácido demonstraram favorecer a ancoragem óssea dos implantes, mais do que as superfícies não tratadas [42]. No seu estudo, Wennerberg *et al* também chegaram a uma conclusão semelhante, ao comparar os torques de remoção de implantes com superfície anisotrópica (maquinagem) e com superfície isotrópica (jato de areia), 12 semanas após terem sido implantados em osso trabecular [71].

Embora possuam vantagens comprovadas, as superfícies duplamente tratadas com jato de areia e ataque ácido não estão livres de apresentar problemas. O desenvolvimento de infeções dos tecidos moles e duros (peri-implantite) e o aumento da dispersão iónica estão associados a implantes com uma superfície mais áspera [69, 70]. Do mesmo modo, o aparecimento de microfissuras na superfície dos implantes, que podem diminuir a resistência à fadiga e aumentar a probabilidade de fratura mecânica, está relacionado com a corrosão ácida provocada pelo hidrogénio [70].

#### 1.2.1.2. Densidade mineral óssea – efeito na estabilidade dos implantes

De todos os parâmetros que influenciam a estabilidade dos implantes, a qualidade e quantidade de osso disponível na região edêntula são os mais importantes, por indicarem qual o tipo de implante e técnica cirúrgica a utilizar para o sucesso do dispositivo [72].

A qualidade óssea abrange aspetos como a densidade mineral óssea (bone mineral density, BMD); estrutura do osso; propriedades mecânicas da matriz orgânica e inorgânica; e orientação tridimensional (3D) das trabéculas. A BMD é definida como a massa de mineral existente por unidade de volume ósseo [73] e para a categorizar têm sido propostas várias classificações, sendo a de Misch a mais comum. Em 1999, Misch e Kircos analisaram imagens de tomografia computadorizada (TC) de osso cortical e trabecular e correlacionaram as suas características macroscópicas com o número de unidades de Hounsfield (Hounsfield units, HU), determinadas pelo software da TC [43]. Com base neste esquema, a densidade óssea foi dividida em cinco grupos por ordem decrescente (D1, D2, D3, D4 e D5), que foram posteriormente localizados nas arcadas dentárias (tabela 1.3 e figura 1.8 a) [43, 74].

Tabela 1.3 – Classificação de Misch para a densidade mineral óssea [43, 73, 74].

Densidade	Número de	
mineral	unidades de	Localização nas arcadas dentárias
óssea (BMD)	Hounsfield (HU)	
D1	> 1250	Mandíbula anterior, prateleira bucal e região palatina média
D2	850 a 1250	Maxilar anterior, mandíbula posterior e região palatina média
D3	350 a 850	Maxilar e mandíbula posteriores
D4	150 a 350	Maxilar posterior (região da tuberosidade)
D5	< 150	

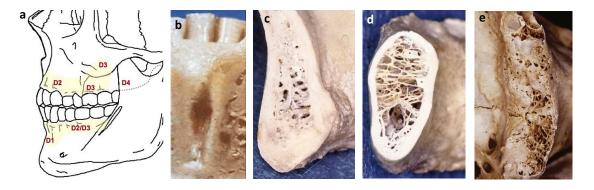


Figura 1.8 – Identificação dos diferentes tipos de osso no maxilar/mandíbula segundo Misch (a) [74].

Densidades ósseas D1 e D2 da mandíbula anterior (b e c, respetivamente); D3 da mandíbula posterior (d); e D4

do maxilar posterior (e) [75, 76].

De acordo com a classificação de Misch, as densidades D1 a D5 são descritas de forma distinta pela proporção de osso cortical (compacto) e trabecular (esponjoso) existente. À partida, a variação destes dois tipos de osso tem um impacto significativo nas propriedades biomecânicas da interface implante-osso e, consequentemente, na estabilidade do dispositivo. A densidade D1 contém praticamente apenas osso cortical denso, que está normalmente localizado na região anterior da mandíbula (figura 1.8 b). Este tipo de osso detém a maior percentagem de contato com os implantes (80 %) em comparação com a das restantes densidades, tendo também uma resistência mecânica maior. A densidade mais frequentemente encontrada nas regiões edêntulas de um único dente é a D2, que combina osso cortical espesso, denso a poroso, na parte externa e osso trabecular na parte interna (figura 1.8 c). Este tipo de osso encontra-se 50 % ou mais das vezes na parte anterior e posterior da mandíbula, e oferece uma boa cicatrização na interface implante-osso, tornando a osteointegração previsível. Consideravelmente mais fraca do que a densidade D2, a densidade D3 é composta por osso cortical poroso na crista e osso esponjoso no interior, ambos de traço fino (figura 1.8 d). É observada 50 % das vezes na parte posterior da mandíbula e, pelo contato implante-osso menos favorável, está associada a um elevado risco de falha do implante. Em seguida, a densidade mais frágil é a D4, constituída por osso trabecular fino e localizada maioritariamente na região da tuberosidade do maxilar posterior (figura 1.8 e). Pelo fato de ser 10 vezes mais fraca do que o osso D1, a densidade D4 tem apenas 25 % de contato com o implante, o que compromete seriamente a estabilidade primária [43, 73]. Ao contrário dos tipos de osso mencionados, o osso D5 é imaturo, não mineralizado e só é encontrado em fases embrionárias precoces, não estando presente no esqueleto adulto [77, 78].

Como comprovado pelo estudo de Turkyilmaz et al, a densidade óssea local influencia o torque de inserção do implante e afeta o quociente de estabilidade do implante (*implant stability quotient*, ISQ). Os resultados mostraram que as densidades ósseas maiores: (1) necessitam de torques de inserção mais elevados; (2) conferem valores do ISQ mais elevados; (3) asseguram uma maior estabilidade primária do dispositivo; e (4) estão associadas a uma menor ocorrência de falha dos implantes, em comparação com as densidades ósseas mais baixas [72]. Com base nestas inferências, a estabilidade primária pode ser prevista antes da inserção do implante e o plano cirúrgico deve ser adaptado tendo em conta a densidade dos 7 a 10 mm mais cristais do osso [43, 72].

#### 1.2.1.3. Técnica cirúrgica – torque de inserção e diâmetro/velocidade das brocas

Quando a técnica cirúrgica é preparada, três parâmetros essenciais são considerados para além da BMD: o número, diâmetro e velocidade de rotação das brocas; o comprimento mínimo do implante; e o valor do torque de inserção. O sobreaquecimento provocado pelas brocas durante a osteotomia é outro aspeto tido em conta, principalmente nas densidades ósseas mais elevadas. O calor

gerado deve ser atenuado para impedir a necrose das células ósseas, podendo-se recorrer: (1) à irrigação de uma solução salina arrefecida na zona a implantar; (2) à aplicação de uma pressão e velocidade da broca constantes; e/ou (3) ao aumento progressivo do diâmetro das brocas utilizadas para perfurar o osso, até se obter o diâmetro pretendido para a implantação [74, 79, 80].

No caso da densidade D1, são utilizadas quatro brocas – uma piloto, duas intermédias e uma final (diâmetros de 2,0 mm; 2,5 mm; 3,0 mm e 3,4 mm, respetivamente), a uma velocidade de 2500 rotações por minuto (rpm) –, uma broca de osso cristal e um macho de roscar ósseo. O incremento recomendado para as primeiras quatro brocas é de 0,5 mm, pois confere um corte de apenas 0,25 mm de osso em cada lado da broca. Já um incremento de 1 mm representaria um corte de 0,5 mm em cada lado, pelo que exerceria mais pressão sobre a estrutura óssea. Depois de preparado o leito ósseo, um implante roscado de comprimento inferior a 12 mm é colocado com um torque de inserção entre 30 e 40 Ncm [79–81]. Na clínica, o valor dos torques de inserção não deve extrapolar o limite máximo mencionado, para que a sobrecarga mecânica não resulte na fratura do osso/implante [74, 82].

As brocas utilizadas na osteotomia da densidade D2 são as mesmas que as da preparação cirúrgica do osso do tipo D1, mas as suas velocidades devem variar entre 1500 e 2000 rpm. O implante roscado a inserir deve ter um comprimento mínimo de 12 mm, aplicando-se um torque de 35 Ncm [79–81]. Um método fidedigno que permite determinar o torque de inserção de um implante roscado (em Ncm) para uma dada BMD (em mg de hidroxiapatite (HA)/cm³) foi desenvolvido por Beer *et al* e consiste na seguinte equação:  $torque = (a + b \times BMD)^2$ , onde a = 1,07 e b = 0,0045 [83].

De acordo com Misch, as qualidades ósseas D1 e D4 constituem os maiores desafios para a técnica cirúrgica, ao contrário das densidades D2 e D3 que são ideais para a colocação de implantes. Regra geral, o osso do tipo D1 oferece grande resistência à carga exercida pelas brocas rotativas, o que permite gerar maior quantidade de osso desvitalizado devido ao sobreaquecimento [79]. No entanto, a resistência dos implantes ao micromovimento alveolar é maior nesta densidade, assim como o sucesso da estabilidade primária, visto que é o tipo de osso mais compacto e, como tal, é necessário utilizar um torque de inserção elevado que acaba por aumentar o contato implante-osso. O intervalo para os micromovimentos deve então situar-se entre os 50 e 100 µm, sendo possível medi-lo através de ensaios mecânicos de implantes dentários [84].

## 1.3. Ensaios mecânicos de fadiga de implantes dentários

Embora a Implantologia tenha evoluído bastante, os sistemas de implantes dentários continuam a apresentar problemas tanto na interface implante-osso como na conexão implante-pilar. Uma maneira de prever a estabilidade a longo prazo desses sistemas é recorrer a ensaios mecânicos

de fadiga de implantes dentários. Estes testes têm o objetivo de simular o ambiente experimentado pelos sistemas de implantes dentro da boca, pelo que podem ser fixos em diferentes substratos (densidades minerais ósseas), envolvidos em diferentes fluidos artificiais (saliva) e submetidos a diferentes cargas cíclicas repetitivas (ciclos mastigatórios de um indivíduo) [59, 85, 86]. Estas cargas dinâmicas variam muito rapidamente com o tempo e podem interferir negativamente com a osteointegração e/ou contribuir para a deformação ou fratura do sistema [85]. Deste modo, é possível analisar o comportamento do biomaterial num espaço mais curto de tempo do que *in vivo*.

Por definição, a fratura por fadiga de um implante é o resultado da rutura progressiva do material sujeito a uma carga repetitiva, sendo possível determinar ao número de ciclos que o mesmo é capaz de suportar. Tipicamente, a fratura por fadiga é dividida em três fases: (1) iniciação da fissura na superfície onde está concentrada a maior tensão, cujo material sofreu deformação plástica prévia; (2) propagação estável da fissura, dependendo da estrutura cristalina, tamanho dos grãos e textura do material; e (3) propagação rápida e instável da fenda, após ultrapassado o seu comprimento crítico, até que a fratura do material seja atingida [85, 87]. Dos tipos de carga que podem provocar falhas por fadiga, a de compressão é a mais comum nos implantes dentários.

Para comprovar que, de facto, o carregamento cíclico, assim como a geometria da conexão implante-pilar, interferem com a estabilidade dos sistemas de implantes, Feitosa *et al* compararam os valores do torque de remoção de parafusos em conexões hexagonal externa (HE), hexagonal interna (HI) e cone Morse (CM), antes e depois dos ensaios mecânicos de fadiga. Sistemas de implantes dentários inseridos num compósito de epóxi-fibra de vidro foram então sujeitos a 1 milhão de ciclos², com uma frequência de 8 Hz e uma força axial de 400 N, de modo a simular um ano de função de implante inserido em osso maxilar/mandibular. Visto que, no geral, os valores do torque de remoção diminuíram após os ensaios de fadiga e foram maiores na conexão CM em comparação com as restantes configurações, os resultados obtidos puderam confirmar o pressuposto inicial. Efetivamente, a configuração CM permite ao parafuso exercer uma maior força de compressão (pré-carga) sobre as paredes internas do implante, prevenindo assim o afrouxamento da conexão [59].

Em 2012, Shemtova-Yona *et al* avaliaram a influência que um fluido idêntico à saliva humana (preparado com 250 ppm de fluoreto de sódio) pode ter sobre o desempenho biomecânico de implantes de Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V. Ensaios mecânicos de fadiga foram realizados com 930 N de carga média; 5 milhões de ciclos, para simular um prazo "infinito" de serviço do implante; e 15 a 20 Hz de frequência.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Um indivíduo realiza aproximadamente três episódios de mastigação (de 15 min cada) num dia, com uma frequência de 60 ciclos/minuto (1 Hz); o que equivale a 2700 ciclos de mastigação/dia e a cerca de 1 milhão de ciclos/ano.

Pela comparação das curvas carga *versus* (*vs.*) número de ciclos (S-N), obtidas em ambiente seco e em saliva artificial, os autores concluíram que as condições ambientais semelhantes às encontradas na cavidade oral podem acelerar a fadiga dos implantes [86]. A hipótese de que o ambiente salivar acelera o crescimento das microfissuras sob tensões locais, por promover a dissolução do metal exposto (sem a camada protetora de TiO<sub>2</sub>) devido à perda óssea, tem sido abordada na literatura [85, 86]. Em 2014, um estudo também orientado por Shemtova-Yona veio reforçar esta afirmação, ao concluir que, por si só, a corrosão do titânio não é uma causa para a falha por fadiga dos implantes, mas sim um mecanismo promotor da propagação das fissuras originadas a partir de cargas cíclicas relativamente baixas [88].

Em 2010, um estudo conduzido por Pazos *et al* pretendeu explicar o efeito que os acabamentos superficiais aplicados nos implantes dentários têm sobre o comportamento à fadiga do material. Amostras de Ti CP grau 4 maquinadas (de referência) e tratadas com jato de areia, ataque ácido e jato de areia + ataque ácido foram submetidas a ensaios de fadiga por flexão rotativa. Estes testes tiveram em conta diferentes níveis de carga, com 10 milhões de ciclos e uma frequência de 33 Hz. A partir das curvas amplitude de tensão *vs.* número de ciclos até à falha (σ<sub>a</sub>-N<sub>f</sub>), traçadas para cada condição superficial (figura 1.9), e das imagens de microscopia ótica e microscopia eletrónica de varrimento (MEV), os autores puderam afirmar que as superfícies tratadas com: (1) ataque ácido têm uma menor resistência à fadiga (poucos ciclos até à nucleação das fissuras), devido à criação de pontos recetivos de tensão pelo ácido sulfúrico; (2) jato de areia têm uma melhor resistência à fadiga, devido ao endurecimento do metal pelas partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> projetadas, que exercem tensões residuais compressivas e deformação plástica no material; (3) duplo tratamento possuem o comportamento de fadiga mais longo, visto que a aplicação do ataque ácido sobre o jato de areia permite formar uma superfície homogénea, sem se formarem locais preferenciais para a nucleação de microfissuras [89].

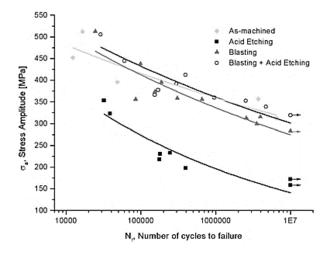


Figura 1.9 – Curvas  $\sigma_a$ -N<sub>f</sub> para quatro tipos de tratamento superficial: maquinagem; ataque ácido; jato de areia; e jato de areia + ataque ácido [89].

#### 1.4. Ensaios bionanotribológicos de implantes dentários em meio aquoso

A tribologia ("tribo" e "logos" em grego significam atrito e estudo, respetivamente) é a ciência que estuda os "mecanismos de atrito, desgaste e lubrificação de superfícies interativas que estão em movimento relativo". A chamada biotribologia é direcionada para os sistemas biológicos naturais ou artificiais, com ou sem próteses/implantes, que podem ocorrer nos seres vivos. Exemplos destes processos são aqueles que acontecem nas articulações sinoviais e na cavidade oral durante a mastigação dos alimentos [90, 91].

Quando uma superfície está em movimento contra outra, ocorrem duas forças: (1) uma força normal de compressão, que é transmitida da superfície superior para a superfície inferior; e (2) uma força tangencial de atrito, que se opõe ao movimento através da interação entre as asperezas (pontos de contato) das duas faces. Dependendo da rugosidade e das propriedades superficiais, bem como da força normal aplicada, velocidade do movimento e lubrificação do meio, a deformação dos materiais pode ser elástica, viscoelástica ou plástica. Por exemplo, o aumento da força normal aproxima as asperezas das duas superfícies, que podem armazenar energia superficial e atingir a deformação plástica [90, 92, 93].

As duas leis de Amontons (1699) e a lei de Coulomb (1785) definem as leis clássicas do atrito, estabelecendo, respetivamente, que: (1) a força de atrito é diretamente proporcional à força normal aplicada; (2) a força de atrito é independente da área de contato aparente; e (3) força de atrito cinético é independente da velocidade do movimento. A primeira lei determina que o coeficiente de atrito ( $\mu$ ) é igual ao quociente entre a força tangencial de atrito ( $F_T$ ) e a força normal de compressão ( $F_N$ ) (equação 1.2) [91].

$$\mu = \frac{F_T}{F_N} \tag{1.2}$$

O movimento tribológico dos dentes/sistemas de implantes dentários que mais representa a fadiga do material é o rolamento (e não o deslizamento – modelo plano vs. plano) [93].

Considerando o contato do sistema esfera vs. plano como elástico (figura 1.10), Hertz estabeleceu uma relação entre o raio da área de contato entre esfera-plano (a) e a força normal ( $F_N$ ) exercida (equação 1.3),

$$a = \left(\frac{3RF_N}{4E_C}\right)^{\frac{1}{3}} \tag{1.3}$$

em que R é o raio da esfera e  $E_c$  é o módulo elástico composto dos dois corpos em contato, representado pela equação 1.4,

$$E_c = \frac{E_1 \cdot E_2}{E_2(1 - v_1^2) + E_1(1 - v_2^2)} \tag{1.4}$$

em que  $E_1$  e  $E_2$  constituem os módulos elásticos (ou de Young) do material da esfera e do plano, enquanto  $v_1$  e  $v_2$  representam os respetivos coeficientes de Poisson [94].

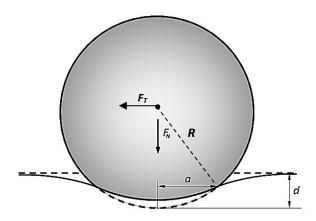


Figura 1.10 – Modelo de contato elástico entre uma esfera e um plano, descrito por Hertz [94].

A área de contato entre a esfera e o plano ( $A_c$ ) é dada pela equação 1.5, sendo proporcional a  $F_N^{\frac{2}{3}}$ .

$$A_c = \pi . \, \alpha^2 = \pi \left( \frac{3RF_N}{4E_C} \right)^{\frac{2}{3}}$$
 (1.5)

Já a pressão média ( $p_{mean}$ ) aplicada nessa região de contato é igual a 2/3 da pressão máxima ( $p_{max}$ ), que é definida na equação 1.6 [94].

$$p_{max} = \frac{{}_{3}F_{N}}{2\pi a^{2}} = \left(\frac{{}_{6}F_{N}E^{*2}}{\pi^{3}R^{2}}\right)^{\frac{1}{3}}$$
(1.6)

A ação mecânica contínua pode assim conduzir ao desgaste das asperezas superficiais, que se traduz na perda de massa do material e variação do seu desempenho, através da alteração do coeficiente de atrito. Em meio biológico, as partículas de desgaste libertadas podem inclusive acumular-se na interface de contato, gerando efeitos adversos nos tecidos circundantes e/ou afrouxamento do sistema implantado [91]. Paralelamente, a ação química de substâncias também tem sido descrita na literatura como promotora de desgaste em superfícies [93]. Entre os vários tipos de desgaste constam a: (1) abrasão, causada pela força exercida por partículas sólidas sobre uma superfície mais mole; (2) adesão, provocada pela afinidade química ou dureza semelhante entre os

dois sólidos, que conduz ao processo de "ligação atómica" entre as asperezas do par tribológico – ocorre transferência de matéria de um corpo para o outro durante o movimento; (3) fadiga, resultante das variações cíclicas da carga aplicada; (4) erosão, gerada pela fricção de um fluido líquido contendo partículas sólidas, durante o movimento relativo; e (5) corrosão, originada por reações químicas ou eletroquímicas (oxidação) [91, 94].

Para reduzir o atrito e desgaste associados às superfícies em contato, recorre-se à lubrificação. Esta solução consiste na adição de um filme protetor entre as duas faces, capaz de diminuir o coeficiente de atrito para um valor inferior a 0,5. Coeficientes de atrito iguais ou superiores a este valor indicam que as superfícies em movimento relativo estão secas, havendo perda de energia [94]. No caso da mastigação, é a saliva e/ou pasta de alimentos que funciona como lubrificante, protegendo as zonas de contato entre as coroas dentárias naturais e/ou artificiais [90].

Designa-se por bionanotribologia a tribologia que estuda a interação à escala nanométrica (entre 1 e 100 nm) da matéria que foi sujeita a forças de nanoNewtons (nN) [92]. A esta escala, as forças adesivas (van der Waals, eletrostáticas, capilares) e a tensão superficial superam as forças restantes, pelo que contribuem para a adesão das duas superfícies. Neste caso, a lei de Couloumb (equação 1.7) é considerada em detrimento da primeira lei de Amontons, na medida em que  $F_N \to 0$ . Deste modo, a força tangencial de atrito ( $F_T$ ) é dominada pela força adesiva ( $F_0$ ) (equação 1.8) e a força de atrito estático, necessária para iniciar o movimento, é maior ou igual à força de atrito cinético, que ocorre durante o movimento [91, 95].

$$\mu = \frac{dF_T}{dF_N} \tag{1.7}$$

$$F_T = F_0 + \mu F_N \tag{1.8}$$

Embora os implantes metálicos ou de liga metálica possuam uma elevada taxa de sucesso, as suas falhas têm sido causadas maioritariamente (cerca de 90 %) pelo desgaste por fadiga, que diminui a resistência à carga de forma gradual [85, 90]. Em parte, o desgaste por corrosão, que resulta da lixiviação dos iões metálicos devido aos ácidos alimentares, também tem sido mencionado como uma possível causa de falha destes implantes. Um dos métodos mais utilizados para estudar o comportamento tribológico dos materiais dentários é a simulação *in vitro* em laboratório. Com a sua capacidade para representar as condições *in vivo* (ciclo mastigatório e saliva humana/artificial), tornase possível analisar a influência do material metálico e do ambiente oral na iniciação e propagação das falhas [90]. Por norma, as ligas de titânio têm melhores propriedades tribológicas e resistência à abrasão e à deformação plástica do que o Ti CP, mas menor resistência à corrosão [70, 90, 96]. Por sua

vez, a saliva tem sido descrita por diferentes autores ou como minimizadora do efeito corrosivo sobre os implantes metálicos [90], ou como potencializadora de um efeito simultaneamente corrosivo e erosivo. Para este último caso, surgiu a tribocorrosão, que se define como a "degradação do contato tribológico que resulta do efeito combinado da remoção de metal por desgaste mecânico e por oxidação eletroquímica". As interfaces implante-parafuso podem sofrer com este fenómeno mecânico e químico [97], visto que estão expostas às cargas mastigatórias cíclicas e ao fluido salivar, cujo solvente é capaz de penetrar alguns micrómetros de profundidade e alterar o coeficiente de atrito e o desgaste. Deste modo, estas interfaces podem ser candidatas para o estudo tribológico da aceleração corrosiva, causada pela erosão local.

Apesar de não replicar todas as variações biológicas do ambiente oral, a simulação *in vitro* pode fornecer aspetos que proporcionem uma maior compreensão do mecanismo de desgaste dos materiais dentários, tais como o modo de dissipação da energia do atrito e a composição e viscosidade da saliva [90].

#### 1.5. Objetivos

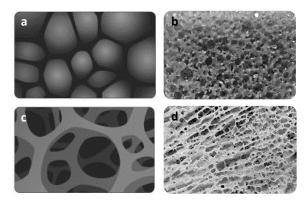
Neste trabalho, pretendeu-se avaliar o efeito de uma solução eletrolítica de saliva artificial, sem fluor, idêntica à saliva humana, sobre a estabilidade de sistemas de implantes dentários, com diferentes acabamentos superficiais (jato de areia e jato de areia + ataque ácido) e dois tipos de geometria implante-pilar (hexagonal externa e cone Morse). Estes implantes híbridos de Ti CP grau 4 foram inseridos em espumas celulares rígidas de poliuretano e compósitos de epóx preenchido com fibras curtasi, com uma densidade que mimetiza o osso trabecular mais denso (D2) e o osso cortical, respetivamente, utilizando uma técnica cirúrgica adequada. Ensaios mecânicos de fadiga à compressão em meio aquoso foram realizados para analisar o deslocamento dos provetes à carga cíclica "mastigatória". Para verificar as deformações na interface implante-osso ou implante-pilar e no interior da espuma recorreu-se à microscopia eletrónica de varrimento (MEV) e à microtomografia computadorizada (micro-TC). Adicionalmente, a composição da superfície das amostras, sujeitas e não sujeitas aos ensaios de fadiga, foi determinada por espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDS). Ensaios nanotribológicos em saliva artificial foram utilizados para calcular o coeficiente de atrito do par tribológico Ti CP grau 4/Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V, que simula a interface implante-pilar, cujas amostras foram submetidas ou não aos ensaios de fadiga. O desgaste de material dos implantes e pilares foi observado por microscopia ótica e também por MEV.

#### 2. Materiais e métodos

#### 2.1. Caracterização da espuma rígida de poliuretano e do compósito de epóxi

Dadas as características semelhantes às do osso *in vivo*, os ossos naturais de cadáver têm sido a primeira escolha para os testes biomecânicos. Porém, os problemas demonstrados por estes materiais, em termos de disponibilidade, custo elevado, requisitos de conservação, e possibilidade de infeção, levaram ao fabrico de materiais sintéticos alternativos [98]. Para superar estes desafios, surgiram a espuma celular rígida de poliuretano (PU) e o compósito de epóxi preenchido com fibras curtas, que simulam o osso trabecular e cortical, respetivamente.

A espuma celular rígida de PU (R-NH-C(=O)-O-R') é formada a partir da reação de polimerização entre os grupos isocianato (R-NCO) e os grupos hidroxilo (R'-OH) da água. A sua estrutura é causada pela expansão do dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) libertado, onde 95 % das células formadas são fechadas. Com esta porosidade, a estrutura microscópica deste material não replica a estrutura do osso trabecular, que tem uma porosidade aberta (figura 2.1 a e c). No entanto, vários estudos demonstraram que a estrutura macroscópica da espuma de PU é muito semelhante à do osso esponjoso, uma vez que ambas apresentam uma rede de células interligadas (figura 2.1 b e d). Além de versátil e durável, esta espuma possui características homogéneas que eliminam a heterogeneidade e anisotropia do osso trabecular, que pode provocar variações no módulo de Young do material e no torque de inserção dos implantes com a direção. Assim, a *American Society for Testing and Materials* (ASTM) estipulou a norma F1839-08, *Standard Specification for Rigid Polyurethane Foam for Use as a Standard Material for Testing Orthopaedic Devices and Instruments* [R16], para que estas espumas possam ser utilizadas como "modelos ósseos" de suporte para implantes ou outros dispositivos médicos em ensaios de comparação [99–102].



**Figura 2.1** – Comparação das estruturas microscópica (**a** e **c**) e macroscópica (**b** e **d**) de uma espuma de PU (**a** e **b**) e de osso trabecular (**c** e **d**), que possuem uma porosidade fechada e aberta, respetivamente [103, 104].

No catálogo da empresa *Sawbones* (Vashon Island, Washington, E.U.A.), a relação das diferentes espumas com o osso trabecular das diferentes densidades ósseas baseia-se na variação das características do material com o aumento da densidade mineral óssea (BMD). Ou seja, quando o tamanho da célula diminui, a tensão de cedência à compressão e o módulo de Young de compressão aumentam. Dos blocos de espuma celular disponíveis no mercado, foi adquirido aquele com a maior densidade (referência #1522-12), por estar mais próximo do osso trabecular mais denso (D3/D2). As propriedades deste bloco foram obtidas segundo a menor espessura do material, pelo que o eixo em que os ensaios de fadiga foram feitos foi paralelo à direção de crescimento da espuma (tabela 2.1) [99, 100, 105].

O compósito de epóxi preenchido com fibras curtas é formado a partir de uma mistura de resina epóxi com fibras curtas de vidro, sendo posteriormente moldada à pressão para criar uma placa fina [106]. De forma análoga à espuma de PU, este compósito possui a vantagem de eliminar a variabilidade associada ao osso cortical [100]. Das placas disponíveis pela *Sawbones*, foi selecionada aquela com uma espessura de 2 mm (referência #3401-01), por ser uma das mais parecidas com o osso cortical da densidade D3/D2 [43]. Esta placa é de quarta geração, tendo por isso melhorias ao nível da resistência à fratura por fadiga, força e módulo elástico de compressão e resistência à humidade para satisfazer as necessidades exigentes dos testes de fadiga *in vitro* (tabela 2.1) [107]. As propriedades compressivas deste tipo de plástico reforçado foram obtidas através do método de ensaio ASTM D695, *Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Plastics* [106–108].

**Tabela 2.1** – Propriedades e características da espuma celular rígida de poliuretano e do compósito de epóxi preenchido com fibras curtas [98–100, 105–107].

Material		Espuma celular rígida de PU	Compósito de epóxi preenchido com fibras curtas
	Referência	#1522-12	#3401-01
Dimer	nsões e tolerância (mm)	130x180x40 ± 2 em todas as dimensões	130x180x2 ± 2 no comprimento e largura e ± 0,2 na espessura
Tam	nanho da célula (mm)	0,5-1,0	
Densidad	Densidade (g/cm³) e tolerância (%)		1,64 ± 2,5
CompressãoTensão de cedência (σ, MPa)Módulo de Young (E, MPa)		5,4	157
		137,0	16,7x10 <sup>3</sup>
Coeficiente de Poisson (v)		0,3	0,26

# 2.2. Caracterização dos implantes dentários e respetivos pilares e parafusos

Os sistemas de implantes dentários testados neste trabalho envolveram as conexões implantepilar e tratamentos superficiais identificados na tabela 2.2 e são: (1) hexagonal externo (HE) tratado com *resorbable blast media* (RBM); (2) cone Morse (CM) tratado com *hybrid sandblasted acid etched* (HSA); e (3) CM tratado com RBM [70]. O tratamento com RBM confere uma superfície microrugosa aos implantes ( $R_a$  entre 1,2 e 1,5  $\mu$ m, figura 2.2 a-c). Consiste na projeção a elevada pressão de micropartículas duras de hidroxiapatite biocompatíveis ( $\alpha$ - e  $\beta$ -*tricalcium phosphate* (TCP), *tetracalcium phosphate* (TTCP) e *calcium pyrophosphate* (CPP)), pelo que não é necessário recorrer ao ataque ácido para remover as partículas residuais [109–113]. O acabamento HSA consiste na projeção de partículas de TiO<sub>2</sub> e, posteriormente, na utilização de 10%HCl:10%H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:1 V/V) para dissolver as partículas incrustadas [49, 114].

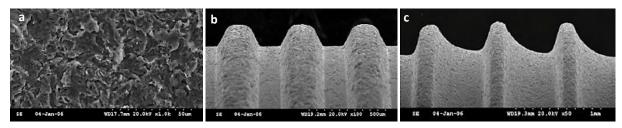


Figura 2.2 – Imagens de MEV da superfície de um implante CM tratado com RBM, nas zonas de rosca dupla (a e b) e de rosca enformada (c) [18].

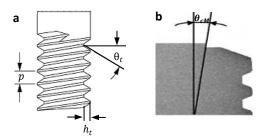
À empresa DIO\* Implant® (Busan, Coreia do Sul) foram comprados três conjuntos (cada um constituído pelo respetivo implante, pilar e parafuso) de cada grupo mencionado anteriormente (total de 27 componentes). A configuração de HE com HSA não é fabricada por esta empresa. O material dos componentes dos sistemas dentários foi o Ti CP grau 4, visto ser aquele com maior resistência mecânica dentro dos graus de titânio puro existentes [70]. O tamanho médio dos seus grãos é de 20 µm e a sua pureza é caracterizada essencialmente pelo conteúdo de ferro, oxigénio e carbono – a percentagem em peso máximo para estes elementos intersticiais é de 0,5 %, 0,4 % e 0,1 %, respetivamente [70, 87, 115]. No entanto, o espectro químico de um implante tratado com RBM da DIO\* Implant®, obtido por espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS), não revelou a presença de outros elementos que não o titânio [113]. Além de permitir uma elevada energia superficial e a aposição de minerais na interface implante-osso, o Ti CP grau 4 não contém elementos prejudiciais ao organismo, como o vanádio, que estão normalmente presentes nas ligas de titânio [70, 87]. Este material segue a norma ASTM F67, *Unalloyed Titanium for Surgical Implant Applications*, e é atualmente o mais utilizado no fabrico de implantes dentários [42, 115].

Os implantes endósseos e pilares foram caracterizados segundo o diâmetro do hexágono

(externo ou interno) ( $\emptyset_h$ ), diâmetro da plataforma ( $\emptyset_p$ ), diâmetro do pescoço ( $\emptyset_n$ ), diâmetro do ápice ( $\emptyset_a$ ), comprimento (L) e/ou canhão (C) (tabela 2.2) [49, 109, 113, 116]. Além disto, os implantes também foram descritos consoante o ângulo de rosca ( $\theta_t$ ), o passo (p) e a altura da rosca ( $h_t$ ) e a conexão CM conforme o ângulo da sua superfície interna ( $\theta_{CM}$ ) (figura 2.3 a e b) [98, 109]. Em termos do  $\emptyset_p$ , L, rosca e forma, todos os implantes foram classificados como regulares, médios, roscados e híbridos, respetivamente [116]. Em termos da forma, todos os pilares foram catalogados como cimentados, não estando fundidos ao respetivo parafuso [109].

Tabela 2.2 – Características dos implantes e pilares adquiridos à DIO\* Implant® [49, 109, 113, 116].

Conexão		lı	Implantes				Pilares					
implante-	Código	Tratamento		Dime	ensões	(mm)		Código	Dir	nensõ	es (mn	n)
pilar	Codigo	superficial	$\emptyset_h$	$\emptyset_{p}$	$\emptyset_n$	$\emptyset_a$	L	Coulgo	$\emptyset_{m p}$	$\emptyset_n$	L	<i>C</i>
Hexagonal	FTN	RBM	2,7	4,1	4,0	3,0	11,5	AMN	4,1	5,0	5,5	2
externo	4011B	VDIAI	2,7	4,1	4,0	5,0	11,5	40527	4,1	٥,٥	د,د	
	UF(II)	HSA	2 5	4,0		2,2	11,5	SSCA		<i>1</i> E	4	2
Cone	4011S	ПЭА	2,5	4,0		2,2	11,5	45204H(II)		4,5	4	
Morse	SFR	RBM		1 E	4.0	2.0	12	SAC		10	c c	1
	4512	VQIAI		4,5	4,0	3,0	12	4815T(II)		4,8	5,5	1



**Figura 2.3** – Identificação do ângulo de rosca, passo e altura da rosca (**a**) e do ângulo da superfície interna do CM (**b**) num implante dentário [109].

Os implantes HE com RBM (FTN 4011B) apresentam um formato: (1) reto e uma superfície polida na parte superior; (2) cónico ao longo do corpo; e (3) arredondado no ápice (figura 2.4 a) [116, 117]. Estes implantes têm  $\theta_t=13^\circ$ ,  $p=0.8\,mm$  e  $h_t=0.25\,mm$  (figura 2.3) [98]. Os pilares correspondentes (AMN 40527) têm um encaixe hexagonal (Hexa) na plataforma e dispõem de um formato cónico ao longo do seu comprimento que previne a rotação entre componentes [116]. Os parafusos compreendem um encaixe Torx®, que lhes confere tolerância à distorção quando submetido a sucessivos torques de aperto de ~35 Ncm [109].

Por sua vez, os implantes CM com HSA (UF(II) 4011S) possuem  $\theta_{CM}=11^{\circ}$  e têm um formato:

(1) cónico e uma superfície microrugosa ( $R_a$  entre 0,5 e 1,0  $\mu$ m) nos primeiros 2,5 mm da parte superior; (2) reto e uma superfície micro e macro rugosas ( $R_a$  entre 2,0 e 2,5  $\mu$ m) na parte do corpo; e (3) cónico e afiado na parte terminal (figura 2.4 b) [113]. Segundo a DIO $^{\bullet}$  Implant $^{\circledast}$ , estes implantes têm p entre 0,89 e 0,9 mm e  $h_t$  entre 0,5 e 0,55 mm [118]. Os pilares correspondentes (SSCA 45204H(II)) têm um encaixe Hexa e possuem uma seção cortada que evita o movimento rotacional entre as estruturas. O respetivo parafuso compreende também um entalho Hexa e um diâmetro da plataforma de 2,25 mm.

Finalmente, os implantes CM com RBM (SFR 4512) têm  $\theta_{CM}=8^{\circ}$  e possuem uma superfície: (1) maquinada nos primeiros 0,3 mm da parte superior; (2) com rosca dupla e formato reto na restante parte superior, para facilitar a fixação do osso cortical; (3) com rosca enformada e formato cónico ao longo do corpo, para permitir a fixação do osso trabecular e distribuir a tensão exercida na interface implante-osso; e (4) com formato arredondado no ápice (figura 22.4 c). Em cada uma das superfícies de rosca dupla e enformada, existem secções de corte que favorecem o auto-enroscamento do implante no osso, minimizando a resistência do mesmo. De acordo com o catálogo da DIO\* Implant®, estes implantes têm  $\theta_t=30^{\circ}$ , p=0.4 mm e  $h_t=0.13$  mm na rosca dupla e  $\theta_t=15^{\circ}$ , p=0.8 mm e  $h_t=0.35$  mm na rosca enformada (figura 2.5 a e b, respetivamente). Os pilares correspondentes (SAC 4815T(II)) têm um encaixe Torx® capaz de reduzir em 30 % a tensão máxima exercida pela força externa no encaixe Hexa [109, 113]. O respetivo parafuso possui também uma junção Torx®.

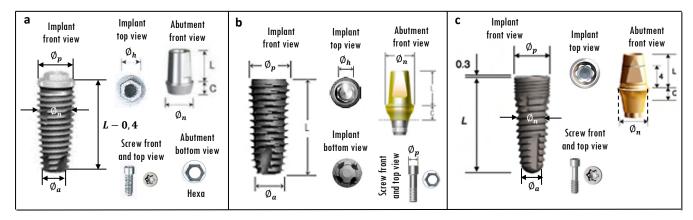


Figura 2.4 – Implantes, pilares e parafusos correspondentes às conexões implante-pilar e tratamento superficial: HE com RBM [19] (a); CM com HSA [20] (b); e CM com RBM [18, 21] (c).

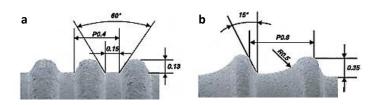
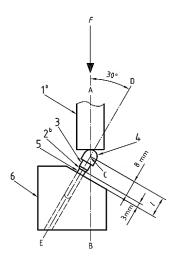


Figura 2.5 – Superfícies de rosca dupla (a) e de rosca enformada (b) num implante CM com RBM [109].

### 2.3. Norma 14801:2007 para os ensaios de fadiga de implantes dentários

Para simular o carregamento funcional dos componentes prostéticos mencionados anteriormente, os ensaios mecânicos de fadiga devem ser realizados conforme a norma 14801:2007, Dynamic Fatigue Test for Endosseous Dental Implants, estabelecida pela International Organization for Standardization (ISO) [119]. Ao definir um método de teste de fadiga para implantes dentários de colocação única, esta norma permite comparar o desempenho in vitro de implantes com diferentes dimensões e formas. Para tal, vários requisitos ao nível da máquina de ensaios; geometria e forma de onda do carregamento; porta-amostra; e meio ambiente devem ser cumpridos.

Durante a preparação dos provetes, os implantes devem ficar posicionados a uma distância de  $3.0 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$  relativamente à superfície do osso artificial, caso o nível do osso nominal não seja referido pelo fabricante (figura 2.6). Deste modo, é representado o pior cenário relativamente à reabsorção de osso marginal, que ocorre *in vivo* após a implantação. Depois de inserido o pilar sobre o implante, deve ser colocada uma peça hemisférica na extremidade livre do pilar, capaz de substituir a coroa e transmitir a carga ao implante. As dimensões deste membro hemisférico devem ser planeadas tendo em conta a distância (l) de  $11.0 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$  entre o seu centro (ou centro do carregamento, l03) e a superfície do porta-amostra. Em seguida, cada provete deve ser fixo a um suporte rígido cuja geometria tenha sido projetada para não deformar a amostra. Quando cravado no mordente inferior da máquina de ensaios, este suporte deve formar um ângulo de l100 entre os eixos do carregamento (linha AB) e do implante (linha DE), reproduzindo assim o carregamento de um implante dentário na cavidade oral [120].



**Figura 2.6** – Configuração dos ensaios de fadiga para sistemas de implantes dentários no pior cenário, segundo a norma ISO 14801:2007: 1<sup>a</sup> – pino de carregamento; 2<sup>b</sup> – nível do osso nominal; 3 – pilar; 4 – peça hemisférica de carregamento; 5 – implante dentário; e 6 – porta-amostra [22].

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Representa a interseção entre os eixos do carregamento e do implante.

Relativamente à máquina de ensaios, esta deve: (1) aplicar a frequência e carga especificadas, com um erro na carga máxima que não exceda os  $\pm$  5 %; (2) incluir ferramentas que monitorizem os valores das cargas máxima e mínima, anotem a frequência da carga e detetem a falha dos provetes; e (3) registar o número de ciclos de carga durante o teste. A força do carregamento (F) exercida por esta máquina deve ser aplicada à peça hemisférica por meio de um pino universal, com uma superfície plana normal à direção do carregamento e cravado no mordente superior. Além disto, é importante que o movimento do pino seja permitido na direção transversal, para que a magnitude da carga aplicada não seja reduzida.

No caso de os implantes incluírem materiais possivelmente relacionados com a corrosão de fadiga, os ensaios devem ser realizados em água, solução salina ou meio fisiológico, a uma temperatura de 37 °C  $\pm$  2 °C. Uma carga inicial apropriada deve ser 80 % da carga à qual ocorre a falha dos implantes. A carga aplicada deve ser unidirecional e variar sinusoidalmente entre o valor da amplitude nominal e 10 % deste valor [120], o que equivale a uma razão das tensões mínima/máxima ( $R_{min/max}$ ) num ciclo de carga de 0,1 [121, 122]. Na presente tese, seguiu-se o protocolo definido na dissertação de Pedro Bicudo, em que o implante está inserido num suporte artificial que simula o osso natural. Deste modo, o trabalho realizado trata-se de uma adaptação à norma [98].

# 2.4. Preparação dos provetes de poliuretano e epóxi e da saliva artificial

A partir do bloco de PU #1522-12 e da placa de epóxi selecionados, foram cortadas nove amostras de cada material através de uma serra de rodear (figura 2.7 a e b). O corte dos cubos de PU foi efetuado tendo em conta a direção do crescimento da espuma. Posteriormente, as amostras obtidas foram polidas com uma lixa áspera GR 60, até se obter as dimensões (comprimento × largura × espessura) 15×15×13,5 mm³ para a espuma de PU, e 15×15×2 mm³ para o compósito de epóxi. Em seguida, cada pedaço de epóxi foi colado a um pedaço de PU utilizando uma supercola com base de cianoacrilato (Triunfobónus, Portugal). A criação destes provetes permitiu assim mimetizar o conjunto dos dois substratos presentes na estrutura óssea (figura 2.7 c).

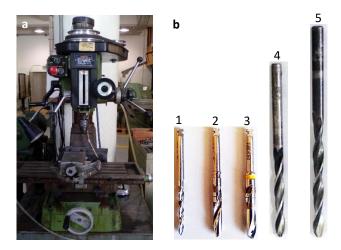






**Figura 2.7** – Preparação dos provetes: serra de rodear (**a**); espuma de PU e compósito de epóxi após corte (**b**); e provete montado após secagem da cola (**c**).

Depois de marcado o centro no topo, cada provete foi perfurado utilizando uma técnica baseada no protocolo cirúrgico descrito no anexo A2 [49, 109, 113, 116]. A técnica adaptada (tabela 2.3) divergiu do método original principalmente ao nível do número de instrumentos cirúrgicos, por não se dispor de todo o equipamento recomendado pelo fabricante, e da velocidade de rotação das brocas. No entanto, os parâmetros necessários foram, tanto quanto possível, aproximados aos referidos pela DIO\* Implant® e já tinham sido usados anteriormente por Pedro Bicudo [98]. O procedimento utilizado incluiu: (1) um engenho de furar da Rong Fu Industrial (Taiwan, China), de modelo RF 30 (figura 2.8 a), cuja frequência foi configurada para 50 Hz; e (2) cinco brocas (inicial DHI 2014, piloto PH 3512, cónica DTI 3512, cónica DTI 4012 e de perfil PDF 4510) (figura 2.8 b), com diâmetros ( $\emptyset_h$ ) entre 2,0 e 4,5 mm. As primeiras três brocas são provenientes do estojo cirúrgico, enquanto as duas últimas pertencem ao Laboratório de Tecnologias Oficinais (LTO) do Instituto Superior Técnico (IST). Para o caso dos implantes HE tratados com RBM e CM tratados com HSA, a perfuração foi realizada utilizando as primeiras quatro brocas; para o caso dos implantes CM tratados com RBM, a perfuração foi efetuada com todas as cinco brocas. As diferentes profundidades de perfuração e velocidades de rotação das brocas para cada situação estão indicadas na tabela 2.3. Em qualquer um dos casos, a profundidade máxima utilizada foi sempre inferior ao comprimento dos implantes, para cumprir com o primeiro requisito da norma 14801:2007 [120].



**Figura 2.8** – Perfuração dos provetes: engenho de furar Rong Fu (a); e conjunto das brocas utilizadas (1 – inicial; 2 – piloto; 3 – cónica DTI 3512; 4 – broca substituta da broca cónica DTI 4012; e 5 – broca substituta da broca de perfil) (b).

**Tabela 2.3** – Etapas da perfuração adaptada para os implantes regulares HE e CM numa densidade óssea D2/D3.

	Diâmetro	Profundidade de perfuraç	ção para implantes (mm):	Velocidade de
Broca	da broca $(\emptyset_b, mm)$	HE tratados com RBM e CM tratados com HSA	CM tratados com RRM	
Inicial DHI 2014	2,0	8,5	9,0	1010
Piloto PH 3512	2,7	8,0	8,5	1010
Cónica DTI 3512	3,5	7,5	8,0	865
Substituta da broca cónica DTI 4012	4,0	4,5	5,0	865
Substituta da broca de perfil PFD 4510	4,5		3,5	865

Em cada provete furado foi colocado um implante, pilar e parafuso, utilizando um método também baseado no protocolo cirúrgico referido no anexo A2. O procedimento adaptado (tabela 2.4) incluiu: (1) um torquímetro odontológico, capaz de medir o torque de aperto do implante ou do parafuso, à medida que se aplica força no sentido horário; (2) um dispositivo de fixação HGW 4813 ou HGW 4821, que permite a inserção dos implantes nos provetes; e (3) um dispositivo Hexa HD 1215 ou Torx® HD 1715, que possibilita a fixação do pilar e parafuso ao implante inserido (figura 2.9 a). Todos estes instrumentos pertencem ao estojo cirúrgico da DIO\* Implant®. Para o caso das configurações HE tratadas com RBM e CM tratadas com HSA, foram utilizados os dispositivos HGW 4813 e Hexa HD 1215; para o caso das conexões CM tratadas com RBM, foram empregues os dispositivos HGW 4821 e Torx® HD 1715. O torque de aperto recomendado em cada um destes instrumentos está registado na tabela 2.4. No final, foram obtidas três amostras de cada tipo (HE com RBM; CM com HSA; e CM com RBM), cujo topo dos seus implantes ficou 3 mm distanciado da superfície do provete (figura 2.9 b e c).

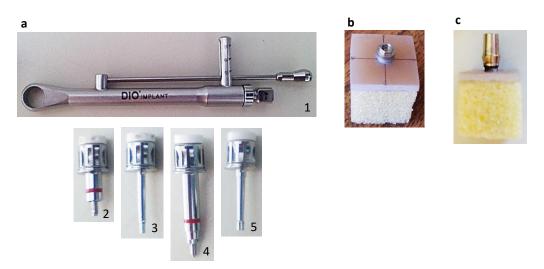


Figura 2.9 – Colocação dos implantes, pilares e parafusos nos provetes: conjunto dos instrumentos utilizados (1 – torquímetro odontológico; 2 – dispositivo de fixação HGW 4813; 3 – dispositivo Hexa; 4 – dispositivo de fixação HGW 4821; e 5 – dispositivo Torx®) (a); provete após inserção de um implante HE tratado com RBM (b); e provete após colocação do pilar e parafuso sobre um implante CM tratado com RBM (c).

**Tabela 2.4** – Etapas da colocação adaptada para os implantes regulares HE e CM e respetivos pilares e parafusos [49].

Amostra		Instrumento	Diâmetro do dispositivo $(\emptyset_d, mm)$	Torque de aperto recomendado (Ncm)	
Implante	HE tratados	Dispositivo de fixação HGW 4813	4,8	35-50	
implante	com RBM e	+ Torquímetro odontológico	4,0	33-30	
Pilar e	CM tratados	Dispositivo Hexa HD 1215 +	1.2	20.25	
parafuso	com HSA	Torquímetro odontológico	1,2	30-35	
Implanta		Dispositivo de fixação HGW 4821	4,8	35-50	
Implante	CM tratados	CM tratados + Torquímetro odontológico		33-30	
Pilar e	com RBM	Dispositivo Torx® HD 1715 +	1 7	35	
parafuso		Torquímetro odontológico	1,7	33	

Com o intuito de avaliar o efeito do meio sobre o desempenho dos implantes, os ensaios mecânicos foram efetuados em meio líquido. A saliva artificial foi preparada seguindo uma composição elaborada por Göhring *et al*, que inclui água destilada e oito compostos diferentes (tabela 2.5) [123]. O valor do pH desta saliva foi determinado com um medidor de pH da *Hanna Instruments*, tendo sido posteriormente ajustado para 7,0 (a 25 °C) com uma solução de HCl 0,1 mol. Por não conter glicoproteínas (mucina), enzimas digestivas e antibacterianas (α-amílase), microrganismos bucais, detritos alimentares ou células epiteliais orais descamadas, a solução preparada foi classificada como inorgânica e aquosa.

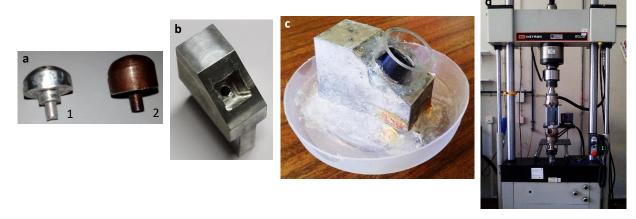
**Tabela 2.5** – Composição da saliva artificial preparada.

Composto	Marca	Pureza (%)	Massa molecular (M, g/mol)	Quantidade (mmol/L)	Massa (g/L)
Hidrogenocarbonato de sódio (NaHCO₃)			84,01	22,1	1,86
Cloreto de potássio (KCI) (higroscópico)	Sigma- Aldrich	≥99,0	74,55	16,1	1,20
Cloreto de sódio (NaCl)	Sigma- Aldrich	≥99,5	58,44	14,5	0,85
Fosfato de potássio monobásico (KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> )	Sigma- Aldrich	≥99,0	136,09	2,6	0,35
Ortoborato de hidrogénio (H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> )			61,83	0,8	0,0495
Cloreto de cálcio di-hidratado (CaCl <sub>2</sub> •2H <sub>2</sub> O)	Panreac AppliChem	99,0- 105,0	147,02	0,7	0,10
Tiocianato de potássio (KSCN)			97,18	0,4	0,0389
Cloreto de magnésio hexa- hidratado (MgCl₂•6H₂O)			203,30	0,2	0,0407

### 2.5. Procedimento dos ensaios de fadiga para os implantes dentários

Tendo como referência a norma 14801:2007, os ensaios de fadiga das nove amostras foram realizados recorrendo a: (1) um membro hemisférico de alumínio, para os sistemas CM com HSA, ou de aço, para os provetes HE e CM ambos com RBM; (2) um porta-amostra de alumínio, contendo um recipiente tubular para colocar a saliva artificial; e (3) uma máquina universal de ensaios mecânicos, modelo 8502, da empresa *Instron* (Canton, Ohio, E.U.A.) (figura 2.10 a-d).

Devido à dificuldade no seu fabrico, a peça hemisférica de aço não permitiu uma distância (*l*) do seu centro à superfície do porta-amostra de 11 mm como indicado pela norma, mas sim de 12 mm. Pelo contrário, o suporte de amostra, que foi desenhado com uma caixa cúbica de 15×15×15 cm³ para fixar os provetes, cumpriu com a norma ao formar um ângulo de 30° entre os eixos do carregamento e do implante. As dimensões de ambas as estruturas foram projetadas por Bicudo [98].

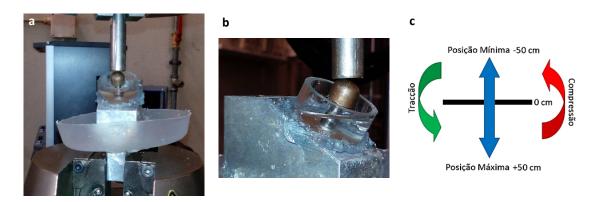


**Figura 2.10** – Preparação dos ensaios de fadiga: peças hemisféricas de alumínio (1) e aço (2) (a); porta-amostra após a sua produção (b); porta-amostra contendo o recipiente tubular para colocar a saliva artificial (c); e máquina de ensaios mecânicos 8502 da *Instron* (d).

Para acondicionar a saliva artificial em torno dos sistemas de implantes, um tubo de plástico com 2,1 cm de diâmetro interno e 1,1 cm de altura foi fixo por cima da caixa cúbica do porta-amostra, utilizando uma cola cristal da Quilosa® (Madrid, Espanha). Após colocar o provete nessa caixa, o recipiente tubular foi preenchido com solução salina de modo que esta não entrasse em contato com a peça hemisférica, para evitar qualquer interferência corrosiva do alumínio ou do aço nos ensaios.

Nos ensaios de fadiga, a máquina servo-hidráulica *Instron*, com uma célula de carga de 10 kN, foi atuada pelo *software* Bluehill®, através do qual se obtiveram os resultados das amostras. Com o intuito de simular uma força mastigatória baixa, foi escolhida uma força média ( $F_{mean}$ ) de -75 N.

Utilizando este valor e sabendo que  $R_{min/max}=0.1$ , foi possível calcular a amplitude ( $A=61,36~\mathrm{N}$ ), força máxima ( $F_{max}=-136,364~\mathrm{N}$ ) e força mínima ( $F_{min}=-13,636~\mathrm{N}$ ) de um ciclo de carga (anexo A3). Tendo sido selecionada uma frequência média de ~6 Hz e um limite de  $1,2\times10^5$  ciclos, cada um dos provetes foi sujeito a um teste de fadiga, onde diferentes cargas cíclicas foram aplicadas (figura  $2.11~\mathrm{a}$  e b). Cada carga exercida proveio do movimento oscilatório do atuador hidráulico entre as posições mínima (-50 cm) e máxima (+50 cm), que correspondem à compressão e tração, respetivamente (figura  $2.11~\mathrm{c}$ ). Neste trabalho, o deslocamento sofrido pelas amostras, em função do número de ciclos de carga, foi medido segundo a posição mínima do atuador. O primeiro ciclo destes gráficos coincide com a posição inicial do atuador (0 cm), enquanto os primeiros cinco ciclos correspondem à estabilização dos valores da força média e amplitude realizada pela máquina. No final, os gráficos deslocamento vs. número de ciclos foram interpretados e a localização da(s) falha(s) nos provetes foi(ram) identificada(s).



**Figura 2.11** – Realização de um ensaio de fadiga a um sistema de implante dentário, em meio de saliva artificial (a e b); e esquema do movimento oscilatório do atuador da máquina de ensaios *Instron* 8502 (c).

### 2.6. Microtomografia computadorizada (micro-TC)

A microtomografia computadorizada (micro-TC) é uma técnica não destrutiva que permite a visualização e/ou análise quantitativa da estrutura 3D de um objeto físico, à escala micrométrica. O princípio do seu funcionamento sustenta-se na capacidade de os materiais absorverem a radiação X de maneira distinta, dependendo da sua densidade e composição química. Dado que é capaz de avaliar alterações microestruturais ocorridas em peças submetidas a testes mecânicos [124, 125], esta ferramenta foi utilizada para estudar uma espuma e o respetivo implante de cada um dos grupos HE com RBM; CM com RBM; e CM com HSA, depois de ensaiados até à fadiga. O topo de cada amostra foi fixo ao porta-amostra de um microtomógrafo computadorizado SkyScan 1172 da marca *Bruker* (Kontich, Bélgica). A posição de cada amostra foi ajustada nos três planos espaciais. Este *scanner* 

contém uma fonte de raios-X de microfoco da *Hamamatsu Photonics* (20-100 kV, 0-250 μA); um detetor ligado a uma câmara VDS de 1,3 Mp<sup>4</sup>; e é controlado pelo *software* SkyScan<sup>®</sup>. Em termos do procedimento, a micro-TC foi baseada nas etapas do(a): (1) aquisição das imagens radiográficas bidimensionais (2D); (2) reconstrução 3D do objeto; e (3) análise da imagem 3D obtida.

Para dar início à fase de aquisição, foram escolhidas previamente várias variáveis. No caso das espumas, foram selecionadas uma tensão e corrente da fonte de raios-X de 59 kV e 167 μA, respetivamente, e nenhum filtro foi aplicado. No caso dos implantes, foram selecionadas uma tensão e corrente da fonte de 100 kV e 100 μA, respetivamente, e um filtro de alumínio (AI) com 0,5 mm de espessura foi colocado durante 1,8 s para reduzir os artefactos. Tanto para as espumas como para os implantes, foi utilizado um tamanho de *voxel* (ou resolução isotrópica, volume de um *pixel*) de 18,10 μm, um *frame averaging* de 3 e um *random movement* também de 3 para aumentar a *signal-to-noise ratio* (SNR) e reduzir os *ring artifacts*<sup>5</sup> [124, 126]. Cada imagem de projeção foi adquirida com um passo de rotação (ou angular) do objeto de 0,7°, ao longo de um intervalo angular de 180°. O *scanning* de cada amostra durou aproximadamente 43 min e cada um dos provetes foi completamente inserido no campo de visualização (*field of view*, FOV). Cerca de 1000 imagens de corte transversal foram geradas por amostra e armazenadas no formato de ficheiro TIFF com 16 *bits*.

Concluída a primeira etapa, procedeu-se à fase de reconstrução, utilizando o *software* NRecon®. Para cada amostra, escolheram-se: (1) um volume de interesse (*volume of interest*, VOI) — no caso das espumas, a parte do compósito de epóxi foi descartada devido à forte presença de *ring artifacts*, ao passo que nos implantes toda a estrutura foi considerada; (2) os valores para a redução dos *ring artifacts* e correção do *beam hardening*<sup>6</sup>; e (3) os limites de contraste mínimo e máximo na função do histograma bimodal correspondente ao volume de interesse. Cada imagem de projeção foi reconstruída numa fatia tomográfica de seção transversal (ao longo do eixo ZZ), através do algoritmo de feixe cónico Feldkamp-Davis-Kress (FDK) [125, 127]. Em média, foram obtidas 905 fatias para as espumas de PU e 638 fatias para os implantes, que foram guardadas no formato de ficheiro BMP com 8 *bits*. Depois de corrigidos os artefactos provenientes do ruído no *software* ImageJ (se aplicável), as imagens tomográficas correspondentes a cada amostra foram usadas para reconstruir e formar um sólido 3D, através do *software* CTvox®.

\_

 $<sup>^4</sup>$ 1 megapixels (Mp) = 720 pixel (p).

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Artefactos que se assemelham a anéis, resultantes de transições bruscas do sinal de entrada.

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup> Artefacto que ocorre devido ao gerador de raios-X que não produz um feixe totalmente monocromático. O componente de energia mais baixa do espectro de raios-X é atenuado ou totalmente absorvido quando atravessa um objeto denso, mas os restantes componentes espectrais do feixe não são atenuados uniformemente, causando o aparecimento de *voxels* mais brilhantes no rebordo do objeto reconstruído [156].

Finalmente, procedeu-se à análise da estrutura 3D do objeto, através do software CTAn®. Neste programa só as amostras de osso artificial é que foram caracterizadas. Primeiro, escolheu-se aleatoriamente uma imagem e um intervalo de valores de cinzento global na função do histograma bimodal correspondente ao VOI. Em seguida, assinalou-se o valor de cinzento local limiar para os pixels, por comparação com o intervalo de valores de cinzento, para permitir a binarização das imagens<sup>7</sup>. Durante este processo, os pixels com valor de cinzento maior ou igual ao limiar escolhido foram convertidos num valor vazio (0) e correspondem a partes não pertencentes ao objeto (pretas). Já os pixels com valor de cinzento inferior a esse limiar foram substituídos por um valor saturado (255) e correspondem a partes do objeto (brancas). 671 fatias reconstruídas foram depois escolhidas para compor o VOI de cada amostra de PU. Posteriormente, foi utilizado um polígono para formar a região de interesse (region of interest, ROI) das fatias, ajustando-se as arestas desta figura geométrica às da espuma inserida na imagem tomográfica. Deste modo, pôde-se realizar para cada amostra: (1) a interpolação de todos as ROIs do VOI; (2) o processamento das imagens reconstruídas; e (3) a quantificação dos parâmetros microestruturais do volume 3D. Entre os vários dados morfométricos obtidos, foram selecionados a percent bone volume (BV/TV)8, bone surface/volume ratio (BS/BV)9, structure model index (SMI)<sup>10</sup>, trabecular thickness (Tb.Th), trabecular number (Tb.N), trabecular separation (Tb.Sp), fractal dimension (FD)<sup>11</sup> e degree of anisotropy (DA) para posterior interpretação.

# 2.7. Preparação das amostras para os ensaios tribológicos

Previamente aos ensaios de nanotribologia, um implante e o respetivo pilar de cada tipo de conexão/tratamento, tanto ensaiados até à fadiga como não ensaiados (12 amostras no total), foram preparados utilizando uma mistura com resina epóxi Mecaprex MA2+ líquida e um endurecedor desta resina, ambos da marca *Presi* (Eybens, França). Cerca de 10 g desta mistura foram colocadas em cada copo contendo uma amostra, que solidificou após 12 h à temperatura ambiente. As amostras foram depois polidas numa máquina de polimento DAP-V, da marca *Struers* (Ballerup, Dinamarca), recorrendo-se a: (1) uma lixa (agente abrasivo), colocada no disco rotatório do aparelho; e (2) um fluxo de água desionizada (agente lubrificante), para evitar o sobreaquecimento da amostra sobre a lixa, gerado pelo atrito. Os implantes e pilares foram finamente polidos com lixas de carboneto de silício

\_

<sup>&</sup>lt;sup>7</sup> Processo que permite diferenciar as regiões pertencentes ao objeto das não pertencentes [131].

<sup>&</sup>lt;sup>8</sup> Relação entre o volume ósseo segmentado e o volume total.

<sup>&</sup>lt;sup>9</sup> Relação entre a superfície óssea segmentada e o volume ósseo segmentado [157].

<sup>&</sup>lt;sup>10</sup> Parâmetro que indica a proporção relativa de placas e tubos na estrutura 3D de um objecto. Uma estrutura de placa ideal possui um valor igual a 0, enquanto uma estrutura de tubo ideal tem um valor igual a 3 [149].

<sup>&</sup>lt;sup>11</sup> Grau de ocupação/complexidade da superfície de uma figura geométrica no espaço.

(SiC), de granulação 240 e  $320^{12}$  (tamanho do grão de 53,5  $\mu$ m e 36,0  $\mu$ m [128]), respetivamente, até que uma zona plana fosse visível ao longo das peças (figura 2.12 a e b).

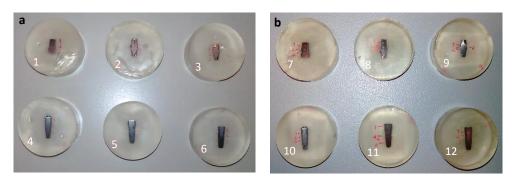


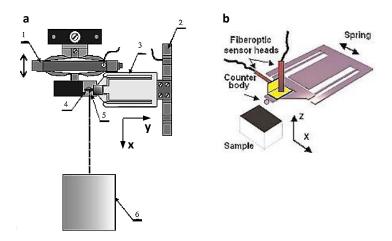
Figura 2.12 – Amostras dos implantes e pilares HE com RBM (1, 4, 7 e 10); CM com RBM (2, 5, 8 e 11); e CM com HSA (3, 6, 9 e 12), com (a) e sem (b) ensaios de fadiga, preparadas para os testes nanotribológicos.

# 2.8. Nanotribologia

Para estudar o atrito de duas superfícies em movimento relativo, à escala nanométrica, recorre-se a um nanotribómetro. Este aparelho é constituído por: (1) um *cantilever* constituído por uma mola de vidro de duas hastes, que funciona como um transdutor de força; (2) um corpo ou amostra (elemento móvel), geralmente plano, que é fixo ao suporte do atuador piezoelétrico lateral; (3) um contra-corpo (elemento estático), geralmente esférico, que é colado ao braço do *cantilever*; (4) dois atuadores piezoelétricos lateral e vertical, que realizam o movimento recíproco do suporte da amostra, com uma dada velocidade linear máxima, e o movimento da mola do *cantilever*, para aplicar a força normal pré-definida entre o corpo e o contra-corpo em contato, respetivamente; e (5) dois interferómetros de fibra ótica, colocados próximo dos espelhos horizontal e vertical do *cantilever*, para detetarem o deslocamento do mesmo nos eixos x e z (figura 2.13 a e b) [129, 130].

\_

<sup>&</sup>lt;sup>12</sup> Número de grãos/cm², de acordo com as normas da *Coated Abrasive Manufacturers Institute* (CAMI), (Crescent City, California, E.U.A.).

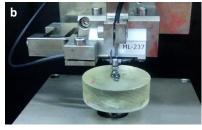


**Figura 2.13** – Configurações: da estrutura funcional do nanotribómetro (1 e 2 – atuadores piezoelétricos lateral e vertical, respetivamente; 3 – *cantilever*; 4 – corpo (plano); 5 – contra-corpo (esfera); e 6 – interferómetros de fibra ótica) (a) [23]; e do *cantilever* e do modelo tribológico de rolamento (b) [24].

Quando o corpo é posto em contato com o contra-corpo, a fricção dos materiais do par tribológico ocorre consoante os parâmetros pré-definidos no software. Devido às interações entre as duas superfícies, é gerada uma força de atrito que contraria o sentido do movimento, fazendo com que o contra-corpo seja puxado na direção oposta e que as hastes do cantilever sejam defletidas. Os deslocamentos lateral  $(\Delta l_x)$  e vertical  $(\Delta l_z)$  desta estrutura são medidos através dos dois interferómetros de fibra ótica, com base nas variações do sinal de infravermelho, cujo feixe é refletido pelos espelhos horizontal e vertical do cantilever. Multiplicando estes deslocamentos pelas respetivas constantes lateral  $(k_x)$  e normal  $(k_z)$  da mola do cantilever, obtêm-se as forças tangencial  $(F_T)$  e normal  $(F_N)$ , respetivamente, através da lei de Hooke  $(F=k,\Delta l)$ . Deste modo, é possível calcular o coeficiente de atrito  $(\mu)$  das duas superfícies, bem como avaliar a força de atrito, segundo a direção tangencial  $F_T$ , e a força de adesão, segundo a direção normal  $F_N$ . Importa ressaltar que o nanotribómetro é capaz de simular condições idênticas às observadas in vivo, como a temperatura e a lubrificação [129, 130].

Neste trabalho, utilizou-se um nanotribómetro da *CSM Instruments* (Peseux, Suíça) (figura 2.14 a), conectado ao *software* InstrumX (Tribometer Module), e utilizou-se a saliva artificial preparada de acordo com a tabela 2.5 (pH=7,09 a 25 °C) como meio lubrificante. Seguindo o modelo tribológico de rolamento, o corpo foi a amostra de implante/pilar (Ti CP grau 4) polida, e o contra-corpo foi uma esfera de precisão (Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V grau 5), com 1,5 mm de raio (*R*) e da *Technoball* (Montorio, Itália). Cada esfera foi fixa ao braço do *cantilever* com supercola 3, e utilizada três vezes pela mesma amostra.





**Figura 2.14** – Nanotribómetro da *CSM Instruments* utilizado neste trabalho (a); e preparação de um ensaio nanotribológico com saliva artificial, empregando o *cantilever* ML-237 (b).

Os ensaios nanotribológicos foram realizados à temperatura ambiente, tendo-se definido: (1) uma velocidade linear máxima da amostra de 0,65 cm/s, que tenta simular a velocidade de deslizamento dos dentes durante a mastigação (0,25 a 0,50 mm/s); (2) uma meia amplitude do movimento recíproco da amostra de 0,5 mm, cuja amplitude total (ida e volta) de 1 mm se assemelha à distância de deslizamento entre dois dentes (0,9 a 1,2 mm); (3) uma carga normal ( $F_N$ ) de 37,53 mN, que corresponde a uma força mastigatória média de 316 N; e (4) um número de ciclos de 1300, que representa aproximadamente o número de ciclos mastigatórios realizados por um indivíduo num dia. Dada uma frequência de aquisição de 2,07 Hz, próxima da frequência mastigatória (1 a 2 Hz), cada ensaio teve uma duração de aproximadamente 10 minutos, que pretendeu traduzir o tempo total dispendido para realizar a mastigação ao longo de um dia (15 a 30 minutos/dia). A  $F_N$  aplicada aos ensaios foi determinada através das equações 1.3, 1.4 e 1.6, sabendo-se o raio da esfera (R), o módulo de Young de compressão e coeficiente de Poisson do Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V grau 5 ( $E_1$ ,  $v_1$ ) e do Ti CP grau 4 ( $E_2$ ,  $v_2$ ), e a pressão mastigatória média ( $p_{mean}=158\ MPa$ ) (tabela 2.6 e anexo A4). Anteriormente, a  $p_{mean}$ tinha sido calculada a partir de uma força mastigatória média de 316 N, tendo em conta que a força mastigatória se enquadra entre os 70 e 700 N [131] e que a área de contato entre dois dentes é de 2 mm<sup>2</sup>. Em seguida, selecionou-se um cantilever de carga intermédia (ML-237) por ser capaz de enquadrar o valor da  $F_N$  a aplicar – possui um intervalo estimado para a  $F_T$  de 0,041-134,5 mN e para a  $F_N$  de 0,075-244,8 mN, com  $k_x=0$ ,1345  $mN/\mu m$  e  $k_z=0$ ,2448  $mN/\mu m$  (figura 2.14 b). Para cada teste, foi possível calcular o coeficiente de atrito ( $\mu$ ) dos materiais em movimento relativo sob condições in vitro, e verificar que a trajetória "mastigatória" era comparável à curva do seno [90]. Utilizando a equação 1.5, a área de contato esfera-amostra ( $A_c$ ) em cada ensaio foi de 238  $\mu$ m<sup>2</sup>.

Tabela 2.6 – Propriedades físicas e elásticas do Ti CP grau 4 e do Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V grau 5 [63, 98, 132].

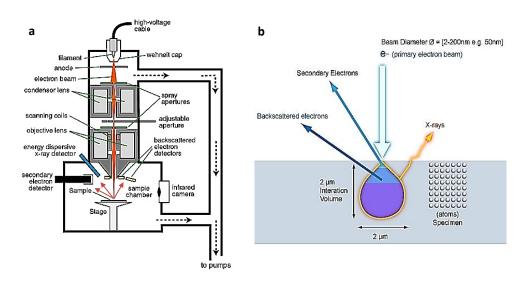
			Comp	ressão	Tensão	Coeficiente
Geometria	Material	Densidade (g/cm³)	Módulo de Young (E, GPa)	Tensão de cedência (σ, MPa)	Tensão de de rutura (MPa)	
Plano	Ti CP grau 4	4,54	110,3	400	690	0,37
Esfera	Ti <sub>6</sub> Al₄V grau 5	4,43-4,51	115	848-1080	786-1080	0,33

# 2.9. Microscopia eletrónica de varrimento (MEV) e espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS)

A microscopia eletrónica de varrimento (MEV) é um método que permite visualizar a topografia/textura e orientação da estrutura de um material. O microscópio utilizado nesta técnica é constituído por: (1) um canhão de eletrões, que é composto pelo cabo de alta tensão, cilindro de Wehnelt, cátodo de filamento de tungsténio e ânodo, e é responsável pela produção e focagem grosseira do feixe de eletrões primários (1 a 50 keV de energia); (2) lentes condensadoras, encarregues de concentrar e focar mais nitidamente o feixe eletrónico; (3) bobinas de varrimento localizadas dentro das lentes objetivas, que permitem a deflexão e reorientação do feixe (2 a 200 nm de diâmetro) para incidir sobre a amostra-alvo; (4) uma câmara de teste, que possui um suporte para colocar o provete; (5) detetores de *secondary electrons* (SEs), *backscattered electrons* (BSEs) e fotões de raios-X característico; e (6) uma câmara de vídeo de infravermelhos, conectada a um computador, que permite visualizar as imagens digitais da superfície da amostra (figura 2.15 a) [133, 134]. Geralmente, a MEV é realizada em vácuo para evitar a oxidação do filamento de tungsténio e a presença de poeiras que possam interferir com a qualidade das imagens (ampliação entre 10x e 300.000x) [135].

Segundo os fenómenos da MEV, a interação dos eletrões do feixe primário com os átomos da amostra origina um volume de interação, que é maior quanto maior a tensão de aceleração do feixe e menor o número atómico médio da amostra. Dependendo da zona de interação, os SEs, BSEs, fotões de raios-X característico podem ser emitidos (figura 2.15 b) [134, 136]. Entre os 5 e 50 nm de profundidade, os eletrões primários podem sofrer colisão inelástica com os eletrões existentes nas camadas menos energéticas dos átomos da amostra. O resultado é a transferência de energia cinética dos primeiros eletrões para os segundos, que pode ser suficiente para expulsar os eletrões dos átomos como SEs (energia inferior a 50 eV), capazes de formar imagens de elevado contraste topográfico. Entre os 50 e 500 nm, os eletrões primários ou SEs podem sofrer colisão elástica de elevado ângulo com os núcleos dos átomos da amostra. O resultado é a mudança de trajetória dos eletrões incidentes sem praticamente transferência de energia, podendo ser defletidos para fora da amostra como BSEs

(energia entre 50 eV e aproximadamente a do feixe incidente), capazes de fornecer imagens com contraste químico. Neste caso, é possível distinguir zonas mais claras e escuras da amostra que correspondem a elementos com número atómico (Z) mais pesado e leve, respetivamente. Entre os 0 a 2000 nm, os eletrões dos níveis orbitais mais elevados podem preencher as lacunas provenientes de eletrões ejetados dos átomos. O resultado é a libertação de fotões de raios-X característico (energia superior à do feixe primário), capazes de permitir a identificação e quantificação dos elementos químicos que compõem a amostra [134, 136]. Esta caraterização é realizada através da espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS) (geralmente acoplada à MEV), que representa os sinais obtidos em espetros de energia vs. intensidade (número) dos raios-X e baseia-se no princípio de que cada elemento possui uma estrutura atómica única, capaz de gerar um conjunto de picos único no seu espectro de emissão eletromagnético [137].



**Figura 2.15** – Representação esquemática: de um microscópio eletrónico de varrimento [133] (a); e dos sinais emitidos de acordo com a profundidade de interação entre o feixe eletrónico primário e a amostra [134] (b).

No presente trabalho, recorreu-se a um microscópio eletrónico de varrimento com canhão de emissão de campo (*field emission gun-scanning eletron microscope*, FEG-SEM), modelo JSM-7001F, da *Japan Electro-Optics Laboratory* (JEOL) (Akishima, Japão). Possui detetores de SEs e BSEs e tem acoplado um sistema de EDS da *Oxford Instruments* (Abingdon, Reino Unido), modelo INCA 250. Permite a aquisição de imagens digitais com 1,2 nm de resolução espacial. A tensão e a pressão de vácuo na câmara de teste utilizadas foram de 15 kV e ~8×10<sup>-5</sup> Pa, respetivamente.

Para avaliar o dano provocado pelos ensaios de fadiga e/ou compreender o efeito da estrutura superficial sobre o comportamento tribológico dos materiais, as amostras escolhidas foram: (1)

metades das espumas de PU, submetidas aos ensaios de fadiga e correspondentes aos sistemas de cada tipo de conexão/tratamento; e (2) implares/pilares de cada tipo de conexão/tratamento, com e sem ensaios de fadiga, antes e depois dos ensaios nanotribológicos (15 peças analisadas no total). Os implantes, pilares e parafusos foram retirados dos respetivos cubos de espuma e estas foram cortadas ao meio com a serra de rodear. Imagens topográficas de MEV foram recolhidas de todas as amostras, mas os espectros químicos de EDS só foram obtidos dos implantes e pilares. Tanto as espumas de PU como os implantes/pilares após os ensaios nanotribológicos foram previamente revestidos com um filme condutor de liga de ouro-paládio (Au-Pd), que impede a acumulação de cargas sobre as amostras. Através de uma máquina de pulverização da *Quorum Technologies* (Lewes, Reino Unido), unidade Q150T ES, que utiliza o árgon com gás inerte, o plasma iónico de Au-Pd foi depositado sobre as amostras. Este processo ocorreu com uma intensidade de 40 mA e demorou cerca de 1 minuto.

# 2.10. Microscopia ótica

A microscopia ótica é uma ferramenta utilizada para analisar qualitativa e quantitativamente uma superfície de forma detalhada. O microscópio utilizado nesta técnica é constituído por: (1) uma fonte de luz visível (não polarizada); (2) um condensador, responsável por refratar a luz emitida pela fonte; (3) um conjunto de lentes objetivas fixas ao revólver, que ampliam a estrutura em estudo; (4) um conjunto de filtros, capazes de regular a intensidade da luz (polarizada) que é observada; (5) um botão concêntrico duplo, que ajusta a focagem grosseira e fina da imagem; (6) um suporte para colocar a amostra; e (7) uma câmara de *charge-coupled device* (CCD), que permite obter imagens digitais.

Para esta parte experimental, foi utilizado um microscópio ótico invertido da *Olympus®* (Tóquio, Japão), modelo CK40M, conectado ao *software* Olympus DP-soft. Ao contrário dos microscópios não invertidos, a fonte de luz e o condensador deste instrumento estão localizados acima do suporte e apontando para baixo, enquanto o revólver e as lentes objetivas estão colocadas abaixo do suporte e apontando para cima. O revólver pode ter quatro objetivas (ampliações entre 5x e 50x), e a focagem é realizada movendo-se a lente objetiva no eixo vertical. Dado que o microscópio indicado é ideal para observação metalúrgica de superfícies planas e polidas [138], foram selecionados os implantes e pilares de cada tipo de conexão/tratamento, com e sem ensaios de fadiga, após os ensaios nanotribológicos.

### 3. Resultados e discussão

## 3.1. Ensaios de fadiga para os implantes dentários

Os resultados dos ensaios de fadiga para os provetes com as conexões/tratamentos HE com RBM, CM com RBM e CM com HSA foram obtidos sob a forma de curvas deslocamento (mm) vs. número de ciclos (n) (figuras 3.1 a 3.3). Como referido anteriormente, estes testes foram conduzidos em saliva artificial, com a espuma rígida de PU #1522-12 e uma força média de 75 N, mas a frequência entre cada ensaio foi variando (4 a 6,5 Hz). De acordo com os ensaios preliminares de fadiga realizados por Bicudo, os valores de deslocamento devolvidos pela máquina *Instron* são praticamente constantes a partir de 1,2×10<sup>5</sup> ciclos [98]. Por esta razão, este foi o número de ciclos escolhido como limite para os ensaios compressivos. Como a norma 14801:2007 da ISO está indicada apenas para implantes dentários, os 2×10<sup>6</sup> ciclos recomendados pela mesma não foram aplicados neste caso, dado que há material de inserção [119].



Figura 3.1 – Curva deslocamento vs. número de ciclos obtida para os provetes HE com RBM.

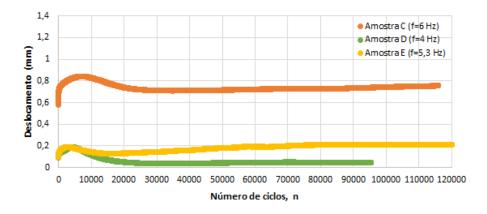


Figura 3.2 – Curva deslocamento vs. número de ciclos obtida para os provetes CM com RBM.

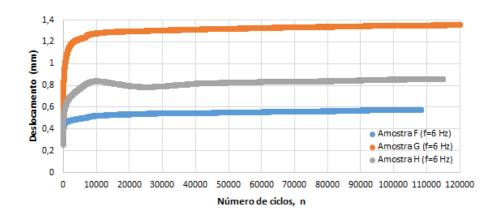


Figura 3.3 – Curva deslocamento vs. número de ciclos obtida para os provetes CM com HSA.

Embora possuam três materiais diferentes (Ti CP grau 4 dos sistemas de implantes dentários; e espuma rígida de PU/compósito de epóxi da estrutura "óssea" artificial), os provetes analisados revelaram curvas com um comportamento relativamente idêntico ao da curva tensão ( $\sigma$ , MPa) vs. deformação ( $\varepsilon$ ) típica de uma espuma rígida de PU, sujeita a compressão uniaxial (figura 3.4) [139, 140]. A razão para esta semelhança deve-se ao fato de a tensão de cedência à compressão ( $\sigma_{v}$ ) da espuma de PU (5,4 MPa) ser menor que a do compósito de epóxi (157 MPa) e a do Ti CP (400 MPa) dos sistemas de implantes dentários, revelando por isso uma aceleração do colapso celular e uma incapacidade para contrariar a  $F_N$  tão bem como os materiais com  $\sigma_V$  maiores [101, 140, 141] [98–100, 105–107] [63, 98, 132]. De acordo com Gibson e Ashby, esta curva  $\sigma$  vs.  $\varepsilon$  exibe um padrão elasto-plástico constituído por três regiões principais [142]. A primeira, a região de elasticidade linear, é caracterizada por um rápido aumento da tensão para baixas deformações e é causada pela deformação elástica das paredes celulares. Esta zona linear permite também obter o módulo de Young à compressão do material (E), ao utilizar-se a lei de Hooke  $(\sigma = E, \varepsilon)$ . A segunda, a região do colapso plástico, é definida como um patamar horizontal, onde a tensão é mantida relativamente constante  $(\sigma_{nl}^*)$  com o aumento da deformação, e é provocada pelo colapso plástico progressivo e permanente das células. A capacidade plástica é adquirida principalmente nos nós de ligação das paredes celulares, quando o momento exercido pela força normal  $(F_N)$  excede o momento plástico total  $(M_p, Nm)$ . Este valor pode ser calculado através da equação 3.1, onde  $\sigma_{
m v}$  é a tensão de cedência à compressão do material $^{13}$  e t(m) é a espessura da parede celular. Assumindo que a t é igual para todas as espumas, sabe-se que a

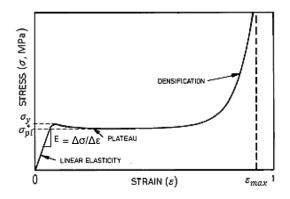
-

<sup>&</sup>lt;sup>13</sup> Tensão máxima suportada pela espuma de PU sem ocorrência de falha. A partir desta tensão, ocorre o colapso da primeira célula e o material sofre deformações plásticas permanentes ao longo das cargas cíclicas, sem possibilidade de recuperação elástica total.

estrutura com a  $\sigma_y$  menor tem também o  $M_p$  menor, revelando uma aceleração do colapso celular e uma incapacidade para contrariar a  $F_N$  tão bem como as espumas com  $\sigma_y$  maiores.

$$M_p = \frac{1}{4}\sigma_y t^3 \tag{3.1}$$

Finalmente, a região da densificação traduz-se no aumento abrupto da tensão e é derivada do colapso quase total das células, onde as paredes celulares opostas ficam em contacto. Uma vez atingido o esmagamento do sólido, a deformação das paredes celulares tende para uma extensão máxima ( $\varepsilon_{max}$ ) [101, 140, 141].



**Figura 3.4** – Curva  $\sigma$  vs.  $\varepsilon$  de uma espuma rígida de PU (elasto-plástica) sujeita a compressão uniaxial [27].

Dada a similaridade com a curva da figura 3.4, todas as curvas adquiridas neste trabalho (figuras 3.1 a 3.3) foram analisadas com base nas fases da elasticidade, do colapso plástico e da densificação. Além disto, as curvas para as interfaces HE e CM, ambas com RBM, foram comparadas com as curvas obtidas por Bicudo para essas conexões (com as mesmas dimensões e características), cujos ensaios foram realizados com a mesma espuma de PU (#1522-12) e uma  $F_{mean}$  semelhante (70 N), mas com uma frequência de carga inferior (3 Hz) e em ambiente seco (ar) [98]. No final, as curvas obtidas para os três diferentes tipos de implante foram comparadas entre si.

Relativamente à ligação HE com RBM, as curvas das amostras A e B (figura 3.1) revelaram um comportamento sensivelmente distinto entre si. O menor deslocamento na zona do colapso plástico da amostra A foi compensada pelo maior deslocamento na região elástica, enquanto o deslocamento na fase elástica da amostra B foi ultrapassada pelo deslocamento no regime plástico. Apesar de ambas as curvas possuírem um ligeiro aumento repentino do micromovimento a um baixo número de ciclos e gradual a um número de ciclos mais elevado, é de salientar que a resposta na zona elástica foi maior para a amostra A do que para a amostra B, e que o deslocamento na região do colapso plástico foi maior para o provete B do que para o provete A. A curva da amostra A representou um ensaio realizado a uma frequência de 4,5 Hz, tendo um ponto de cedência aos 4401 ciclos e um amaciamento do

material entre este valor e os 28677 ciclos, que registou um ligeiro decréscimo da deformação com o movimento cíclico. Por sua vez, a curva da amostra B referiu-se a um ensaio efetuado a uma frequência superior (de 6,5 Hz), demonstrando um ponto de cedência logo ao fim de 1595 ciclos e um amaciamento do poliuretano mais curto (término aos 14186 ciclos), que evidenciou uma diminuição da deformação ainda mais atenuada ao longo dos ciclos. A justificação para as distinções entre estas duas curvas pode estar ligada à frequência utilizada, já que foi o único parâmetro variável entre os dois ensaios (diferença de cerca de 2 Hz, tabela 3.1). Por comparação, o andamento destes resultados foi idêntico àquele apresentado por Bicudo [98] para o mesmo tipo de interface (designemos por curva de referência 1). No entanto, a curva deste autor, obtida através de uma  $F_{mean}$  de 70 N e uma f de 3 Hz, demonstrou um deslocamento praticamente constante durante o colapso das células, ao passo que a zona plástica dos provetes A e B evidenciou uma micromovimentação ligeiramente mais significativa. Segundo Bicudo [98], o aumento da frequência contribui para aumentar o erro associado aos valores a aplicar na máquina *Instron* e aos devolvidos pela mesma, enquanto o aumento da  $F_{mean}$  promove a intensificação da deformação. Deste modo, o distanciamento das curvas das amostras A e B em relação à curva de Bicudo pode ser explicado.

Ainda discutindo sobre a conexão HE com RBM, importa ressaltar a semelhança entre a curva da amostra A e a curva de Bicudo [98] relativa ao ensaio preliminar de fadiga de um provete com: (1) o mesmo tipo de interface/tratamento superficial (HE com RBM); (2) a mesma estrutura celular (espuma de PU #1522-12); (3) a mesma frequência (4,5 Hz); mas (4) o dobro da  $F_{mean}$  (150 N); e (5) em ambiente seco (designemos por curva de referência 2). Por outras palavras, pode-se interpretar que, para obter o mesmo deslocamento no mesmo tipo de amostra, é necessário recorrer a forças médias maiores (150 N) num meio seco e menores (75 N) num ambiente húmido, ou seja, a  $F_{mean}$  requerida num ambiente seco é o dobro da  $F_{mean}$  exigida em meio salivar. A confirmar, esta hipótese pode sustentar o que tem sido descrito na literatura, nomeadamente sobre a influência da saliva artifical no comportamento em fadiga dos provetes com sistemas de implantes dentários [86, 88].

**Tabela 3.1** – Características dos ensaios de fadiga e das curvas deslocamento *vs.* número de ciclos para os provetes HE com RBM, realizados tanto no presente trabalho como no trabalho efetuado por Bicudo [98].

Cumus deslessments	Força média   Frequência		Meio	Número de ciclos $(n)$ no:		
Curva deslocamento vs. número de ciclos	•	•		Ponto de	Início da	
vs. numero de cicios	$(F_{mean}, N)$	(f, Hz) ambiente		cedência	zona plástica	
Amostra A	75	4,5	Saliva artificial	4401	28677	
Amostra B	75	6,5	Saliva artificial	1595	14186	
Referência 1	70	3,0	Meio seco			
Referência 2	150	4,5	Meio seco			

No que diz respeito à conexão CM com RBM, as curvas dos provetes C, D e E (figura 3.2) exibiram um padrão de fadiga equivalente entre si. Mais uma vez, observou-se que o deslocamento no domínio elástico foi ultrapassado pelo micromovimento máximo durante o colapso celular, mas apenas no caso da amostra E. Embora todas as curvas tenham mostrado um aumento abrupto e gradual do deslocamento nos regimes elástico e plástico, respetivamente, a micromovimentação da amostra C foi globalmente muito superior à das amostras D e E, e o deslocamento na fase plástica foi maior para o provete E do que para a amostra D. As curvas das amostras C, D e E foram obtidas a partir de ensaios com frequências de 6, 4 e 5,3 Hz, onde o colapso da primeira célula ocorreu ao fim de 7309, 4160 e 2804 ciclos e o amaciamento da espuma terminou aos 34851, 35630 e 15799 ciclos, respetivamente, indicando uma diminuição relativamente acentuada da deformação com o incremento do número de ciclos. Tal como para os resultados analisados anteriormente, as diferenças entre estas três curvas podem dever-se às diferentes frequências aplicadas durante cada ensaio (tabela 3.2). Tendo como referência a curva de Bicudo obtida para o mesmo tipo de conexão (designemos por curva de referência 3), as curvas adquiridas neste trabalho mostraram semelhanças ao nível do perfil. Todavia, as amostras D, E e C mostraram ter (por ordem crescente) um deslocamento maior do que a amostra da curva 3, obtida através de uma  $F_{mean}$  de 70 N e uma f de 3 Hz. Saliente-se também que, tal como a curva de referência, a curva da amostra D contou com um patamar do colapso celular praticamente constante, mas em contrapartida as curvas das amostras C e E assumiram um ligeiro acréscimo do movimento nessa zona. É interessante considerar que, se a ligeira diferença da força média e frequência entre as curvas 3 e da amostra D for responsável pelo pequeno distanciamento entre ambas, a saliva artificial acaba por transmitir pouco efeito sobre o andamento em fadiga do provete de teste.

**Tabela 3.2** – Características dos ensaios de fadiga e das curvas deslocamento *vs.* número de ciclos para os provetes CM com RBM, realizados tanto no presente trabalho como no trabalho efetuado por Bicudo [98].

Cumia dadacamanta	Força média Frequência		Meio	Número de ciclos (n) no:		
Curva deslocamento vs. número de ciclos				Ponto de	Início da	
vs. Humero de cicios	$(F_{mean}, N)$	N) (f, Hz) ambiente		cedência	zona plástica	
Amostra C	75	6,0	Saliva artificial	7309	34851	
Amostra D	75	4,0	Saliva artificial	4160	35630	
Amostra E	75	5,3	Saliva artificial	2804	15799	
Referência 3	70	3,0	Meio seco			

Em relação ao sistema CM com HSA, as curvas das amostras F, G e H (figura 3.3) demonstraram um perfil bastante idêntico entre si. Embora possuam um acréscimo repentino do deslocamento no

regime elástico e um micromovimento quase constante na zona do colapso das células, estes resultados apresentaram um ponto de cedência e um amaciamento do poliuretano inexistentes ou muito atenuados. O colapso das células nas curvas dos provetes F e G teve início logo quando a região elástica terminou, enquanto a curva do provete H foi a única onde se pôde definir um ponto de cedência, ocorrido ao fim de 9805 ciclos, e uma seção do amaciamento do material, terminado ao ciclo 26621 com uma ligeira diminuição da deformação (tabela 3.3). No geral, as amostras F, H e G mostraram sofrer (por esta ordem crescente) maior deslocamento durante os ensaios, mas a taxa de deformação destes provetes tende a diminuir com o acréscimo de ciclos. Esta diferença nos valores do deslocamento das três curvas pode ser explicada pela heterogeneidade das amostras, já que todas foram sujeitas às mesmas condições ( $F_{mean}$  de 75 N, f de 6 Hz e presença de saliva artificial).

**Tabela 3.3** – Características dos ensaios de fadiga e das curvas deslocamento *vs.* número de ciclos para os provetes CM com HSA, realizados no presente trabalho.

Cumus declaraments	Farsa mádia	Força média   Frequência		Número de ciclos $(n)$ no:		
Curva deslocamento vs. número de ciclos	$(F_{mean}, N)$	(f, Hz)	Meio ambiente	Ponto de	Início da	
vs. Humero de ciclos	(I' mean, IV)	(), (12)	ambiente	cedência	zona plástica	
Amostra F	75	6,0	Saliva artificial			
Amostra G	75	6,0	Saliva artificial			
Amostra H	75	6,0	Saliva artificial	9805	26621	

Quando se comparam as curvas das amostras obtidas neste trabalho (figuras 3.1 a 3.3), verificam-se diversas semelhanças e diferenças ao nível do perfil. Para uma frequência próxima de 6 Hz, os valores do deslocamento da curva da amostra C (CM com RBM) são idênticos aos da curva da amostra H (CM com HSA), mas diferentes ao da curva do provete B (HE com RBM). Já para uma frequência próxima de 4 Hz, os valores do deslocamento da curva do provete D (CM com RBM) são semelhantes aos da curva do provete A (HE com RBM). Nos ensaios de fadiga, a interface CM com RBM mostrou partilhar o mesmo deslocamento que outras amostras com: (1) a mesma conexão e diferente tratamento; e (2) o mesmo tratamento e diferente conexão. No entanto, a conexão HE com RBM não foi consensual neste aspeto, dado que tanto partilhou como não partilhou o mesmo nível de movimento que outras amostras com o mesmo tratamento. A maioria dos estudos indica que o mecanismo de deformação é dependente do tipo de conexão implante-pilar [59, 143]. Steinebrunner et al verificaram que, na generalidade, as conexões internas mostraram tempos de sobrevivência significativamente maiores sob carregamento dinâmico (1,2×10<sup>6</sup> ciclos, 120 N), bem como maior resistência à fratura, do que as conexões externas [143]. Contudo, Ribeiro et al apuraram que as interfaces internas são mecanicamente inferiores aos sistemas hexagonais externos, quando forças

perpendiculares e rotacionais longitudinais foram aplicadas aos implantes [144]. Estudos relativos à influência do tratamento superficial sobre a fadiga dos implantes não foram encontrados na literatura. Ahmed *et al* concluiu que implantes tratados com RBM ou *sand blasted acid etched* (SLA) tinham taxas de sobrevivência muito idênticas, depois de estarem 18 meses (em média) colocados na cavidade oral dos pacientes. No entanto, a superfície do implante com SLA aparentou ser superior em osso fraco do maxilar posterior [145].

No geral, as curvas obtidas a partir de ensaios com diferentes frequências (figuras 3.1 e 3.2) revelaram um padrão de distanciamento sensivelmente proporcional ao valor da frequência aplicada. O aumento da frequência tende a promover um maior deslocamento dentro da espuma de PU, conforme se verifica pela figura 3.5 a. Das conexões/tratamentos testados, o CM e o HSA foi o que revelou maior deformação, enquanto as restantes interfaces/amentos demonstraram maior capacidade para acomodar os movimentos do implante na estrutura de PU (figura 3.5 b). Na verdade, só as amostras A e D revelaram sucesso na estabilidade do implante a curto prazo, ao apresentarem deslocamentos finais inferiores a 0,1 mm [84]. Este fato é preocupante se ocorrer da mesma maneira na cavidade oral, pois a maioria dos implantes deixou de acomodar os micromovimentos in vitro em menos de 4,8 meses de função mastigatória (500.000 ciclos correspondem a 20 meses de função [146]). Porém, os comportamentos em fadiga dos três tipos de sistemas de implante dentário têm em comum o fato de a região de densificação, caracterizada pelo aumento abrupto da deformação para um dado número de ciclos, não ter sido atingida (figuras 3.1 a 3.3). De acordo com os resultados obtidos, prevê-se que esta região só seja alcançada para um número de ciclos superior a 1,2×10<sup>5</sup>, o que está em conformidade com Bicudo, visto que essa zona não ocorreu nem num ensaio preliminar com mais de 1 milhão de ciclos [98]. Na tabela 3.4, estão disponíveis o valor do deslocamento final e o respetivo número do ciclo para o qual cada ensaio terminou. Ao contrário do que se verificou nestes ensaios, o deslocamento final dos implantes HE e CM com RBM, com força média de 70 N, é praticamente o mesmo no trabalho de Bicudo, estando próximo dos 0 mm [98].

Mesmo tendo estruturas ligeiramente diferentes (células fechadas e abertas, respetivamente), a espuma celular rígida de PU tem um comportamento semelhante ao do osso trabecular humano em ensaios de compressão [101, 141]. Os dois materiais apresentam os mesmos mecanismos de deformação e acumulam deformações permanentes na fase do colapso plástico. Por isso, é possível estudar o mecanismo de deformação do material sintético como se de osso trabecular se tratasse. No entanto, torna-se fundamental que o desempenho em fadiga das espumas seja comparado ao do osso esponjoso, porque um comportamento estático idêntico pode não resultar no mesmo comportamento em fadiga dos dois materiais. Esta semelhança entre curvas deslocamento vs. número de ciclos e  $\sigma$  vs.  $\varepsilon$  foi referida anteriormente por Dendorfer et al [147, 148].

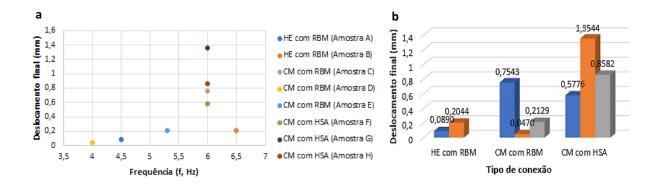


Figura 3.5 – Variação do deslocamento final em função da frequência (a) e do tipo de conexão (b).

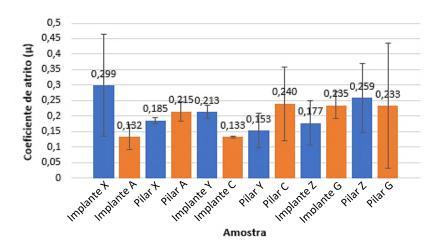
**Tabela 3.4** – Valores do deslocamento e número de ciclos final, obtidos através da curva de cada provete ensaiado.

Tipo de conexão	Amostra	Frequência (f, Hz)	Deslocamento final (mm)	Número de ciclos final $(n_f)$
HE com RBM	Α	4,5	0,0890	120000
HE COITI KBIVI	В	6,5	0,2044	120000
	С	6,0	0,7543	115830
CM com RBM	D	4,0	0,0470	95425
	Е	5,3	0,2129	120000
	F	6,0	0,5776	111994
CM com HSA	G	6,0	1,3544	120000
	Н	6,0	0,8582	114891

### 3.2. Nanotribologia dos implantes dentários

Tal como referido anteriormente, cada ensaio nanotribológico utilizou o par Ti CP grau 4/Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V grau 5, que correspondeu ao implante ou pilar (corpo) e à esfera de precisão (contra-corpo), respetivamente. No nanotribómetro, o conjunto destes dois materiais tentou simular ao máximo possível o contato implante-pilar, que ocorre nos sistemas de implantes dentários.

Na figura 3.6 encontram-se a média e o desvio-padrão dos coeficientes de atrito ( $\mu$ ) obtidos para cada tipo de implante/pilar, não sujeito e sujeito aos ensaios de fadiga. Os implantes/pilares X, Y e Z correspondem às conexões HE com RBM, CM com RBM e CM com HSA, respetivamente, que não foram sujeitas a nenhum ensaio de fadiga (azul). Os implantes e pilares A, C e G correspondem respetivamente às mesmas conexões, mas foram submetidos aos ensaios de fadiga (laranja). Em cada peça foram realizados três testes em zonas distintas, utilizando-se gotas de saliva artificial no local a contatar com a esfera (anexo A5).



**Figura 3.6** – Média dos três coeficientes de atrito obtidos para cada amostra, que não foi (azul) e foi (laranja) submetida aos ensaios de fadiga.

No geral, a maioria dos resultados manteve-se enquadrado em valores semelhantes e inferiores a 0,5, indicando que o lubrificante não foi totalmente deslocado do espaço entre a amostra e a esfera durante o movimento relativo. Todavia, a grande amplitude do desvio-padrão no implante X e nos pilares Z, C e G mostra que o valor do μ subiu substancialmente em determinadas alturas, nomeadamente ao terceiro teste (anexo A5). Isto quer dizer que, nestas exceções, parte do fluido salivar foi deslocado do espaço, fazendo com que as asperezas do implante/pilar e da esfera ficassem mais próximas entre si. Este fato é suportado pela literatura, uma vez que os coeficientes de atrito dos sistemas tribológicos são maiores quando o lubrificante é removido da zona entre a amostra e a esfera. Em casos onde a interface das duas superfícies fica seca, o coeficiente de atrito é igual ou superior a 0,5 [90]. Como o limite positivo do desvio-padrão foi mais próximo de 0,5 no implante X e no pilar G do que nos pilares Z e C, as primeiras amostras mantiveram um meio menos lubrificado do que as segundas em determinados testes.

Para averiguar o efeito dos ensaios de fadiga em saliva artificial sobre os coeficientes de atrito, ambas as situações sem e com carga cíclica foram comparadas. Atendendo à figura 3.6, verificase que existem algumas diferenças significativas entre ambos os casos, principalmente entre os implantes X e A e entre os implantes Y e C. Note-se que os implantes A e C e o pilar G (com ensaios de fadiga) apresentaram coeficientes de atrito mais baixos do que as respetivas situações sem carga cíclica. Pelo contrário, os pilares A e C e o implante G mostraram um  $\mu$  superior ao das respetivas amostras sem ensaio de fadiga. Contando com implantes e pilares, o  $\mu$  médio de todas as amostras não sujeitas às cargas cíclicas foi igual a 0,214, ao passo que o  $\mu$  médio de todos os provetes sujeitos aos testes de fadiga foi ligeriamente menor (0,198). Dado que a diferença entre ambos os coeficientes é de apenas 0,017 e que, aparentemente, não existe um consenso entre os resultados, pode-se dizer

que os ensaios de fadiga em saliva artificial têm uma influência pouco significativa sobre os coeficientes de atrito do par tribológico Ti CP/Ti₀Al₄V em meio lubrificante.

Estudos tribológicos sobre o par tribológico realizado neste trabalho não foram encontrados na literatura científica. Até ao momento, não é possível comprovar que a saliva artificial afeta as propriedades tribológicas dos dois materiais em movimento relativo.

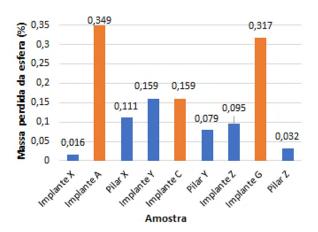
No final de cada ensaio, pôde-se observar macroscopicamente uma mancha escura na esfera e três pistas na amostra, que corresponderam às zonas de contato. A presença de detritos na gota de saliva artificial também foi indicadora da ocorrência de desgaste, mas o cálculo da massa perdida por cada esfera ( $m_{perdida}$ ) pôde comprovar essa hipótese. Para isso, utilizou-se a equação 3.1, onde  $m_{inicial}$  e  $m_{final}$  são as massas das esferas medidas antes e depois dos ensaios nanotribológicos, respetivamente.

$$m_{perdida}$$
 (%) =  $\frac{m_{inicial} - m_{final}}{m_{inicial}} \times 100$  (3.1)

Como seria de esperar, a massa de todas as esferas foi menor depois do que antes dos ensaios, o que significa que as esferas transferiram matéria para a amostra/saliva e sofreram algum nível de desgaste (tabela 3.5). Em média, a  $m_{inicial}$  das esferas foi de 0,06298±0,00007 g e a  $m_{final}$  foi de 0,06289 g, equivalendo a uma perda de 0,00009 g de Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V e a uma massa perdida de 0,143 %. Na figura 3.7 estão indicadas as percentagens de massa perdida das esferas, que foram em seguida comparadas com os coeficientes de atrito do par tribológico da figura 3.6. Uma vez que a esfera associada ao implante A perdeu mais massa do que a do implante X, o μ da primeira amostra deveria ser superior ao da segunda, o que não se verificou. A perda de massa das esferas dos implantes Y e C foi exatamente a mesma (0,159 %) quando o μ relativo ao implante Y foi maior (0,213) do que o do implante C (0,133). Só no caso em que a esfera do implante G perdeu mais massa do que a do implante Z é que se verificou que o μ da primeira amostra foi maior (0,235) do que o da segunda (0,177). Embora a literatura refira que os coeficientes de atrito maiores conduzem a perdas de material também maiores [91], estes resultados não foram concordantes nesse sentido. Verificou-se que a perda de massa tendeu a ser mais significativa nas amostras que foram sujeitas aos ensaios de fadiga ( $m_{perdida}$ média dos implantes de 0,275 %) do que naquelas que não foram ensaiadas ( $m_{perdida}$  média dos implantes de 0,090 %).

**Tabela 3.5** – Massa das esferas utilizadas em cada amostra, antes e depois dos ensaios nanotribológicos.

Am	nostra	m <sub>inicial</sub> da esfera (g)	$m_{final}$ da esfera (g)
gg	Implante X	0,06287	0,06286
fadiga	Pilar X	0,06298	0,06291
g de	Implante Y	0,06290	0,06280
ensaios	Pilar Y	0,06297	0,06292
	Implante Z	0,06304	0,06298
Sem	Pilar Z	0,06295	0,06293
)S ga	Implante A	0,06310	0,06288
Com ensaios de fadiga	Implante C	0,06301	0,06291
e de	Implante G	0,06304	0,06284



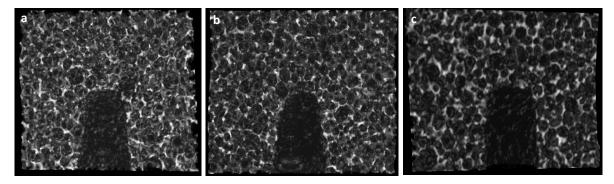
**Figura 3.7** – Massa perdida das esferas utilizadas em cada amostra, que não foi (azul) e foi (laranja) submetida aos ensaios de fadiga.

A massa de uma esfera não testada foi ainda medida 10 vezes para determinar o seu valor médio e desvio-padrão, que foi  $0.06294\pm0.00070$  g (anexo A6). Se este for o desvio-padrão de cada uma das massas iniciais da tabela 3.5, verifica-se que as massas finais de cada esfera também se encaixam no respetivo intervalo, mas isso não quer dizer que a esfera não tenha perdido material depois de utilizada no nanotribómetro. A massa perdida por cada esfera pode apenas não ter sido suficiente para que a  $m_{final}$  ultrapassasse o intervalo de massa correspondente a essa esfera.

#### 3.3. Micro-TC

Para estudar o modo como os ensaios de fadiga em saliva artificial influenciam as propriedades

microestruturais das espumas e a deformação do poliuretano e do Ti CP, foram adquiridas imagens de micro-TC do interior das espumas (figura 3.8 a-c) e da superfície exterior dos implantes (figura 3.9 a-c). Os parâmetros microestruturais das espumas de PU, obtidos durante a análise 3D das imagens, foram organizados na tabela 3.6.



**Figura 3.8** – Imagens reconstruídas de micro-TC referentes ao interior das espumas das amostras A (HE com RBM) (a); D (CM com RBM) (b); e F (CM com HSA) (c), após os ensaios de fadiga.

Tabela 3.6 – Parâmetros microestruturais obtidos durante a fase de análise 3D das espumas de PU.

Amostra	BV/TV (%)	BS/BV (mm <sup>-1</sup> )	SMI	Tb.Th (mm)	Tb.N (mm <sup>-1</sup> )	Tb.Sp (mm)	DA	FD
Espuma A	11,44*	2,05*	2,14*	1,97*	0,0581*	11,89*	1,37 (0,27)*	2,33*
Espuma D	21,65	25,27	1,55	0,157	1,38	0,59	1,08 (0,0723)	2,77
Espuma F	24,73	18,23	1,49	0,21	1,18	0,69	1,68 (0,41)	2,72

<sup>\*</sup> Valores obtidos não correspondentes à realidade.

Segundo os modelos de Gibson e Ashby, as características estruturais de uma estrutura celular estão diretamente associadas às suas propriedades mecânicas, o que permite avaliar o seu risco de fratura [124, 149]. Entre as amostras da tabela anterior, apenas as espumas D e F foram consideradas para comparação. Tendo em conta que os dados da estrutura A não são muito confiáveis, os seus valores não foram utilizados para saber se a perda de espuma está associada a um aumento do risco de fratura. Inclusivamente, a Tb.Sp desta espuma não pode ser igual a 11,89 mm porque o tamanho da espuma artificial é de 15×15×13,5 mm³.

Na tabela 3.6, verifica-se que há uma ligeira diferença na fração do volume ósseo (BV/TV) entre as espumas D e F, onde a última amostra apresentou maior densidade óssea ( $\rho$ ). Uma discrepância semelhante ocorre na relação superfície/volume ósseo (BS/BV), onde a superfície da amostra D revestiu um maior volume de espuma do que a da amostra F [150]. O valor do índice do modelo estrutural (SMI) apontou uma estrutura mista com aproximadamente a mesma proporção de placas e

tubos para o caso das espumas D e F (valor de ~1,5). Dos parâmetros morfométricos em análise, a espessura trabecular (Tb.Th), o número de trabéculas (Tb.N) e a separação trabecular (Tb.Sp) dão introspeção sobre a resistência do provete à fadiga [151]. Para um mesmo volume total, as estruturas com maior Tb.Sp têm um menor Tb.N, e por isso tendem a ocupar menos espaço (menor BV/TV) do que as estruturas com células menores [149]. A espuma D revelou maior Tb.N e menor Tb.Sp, mas menor Tb.Th, do que a espuma F. Mesmo após os ensaios de fadiga, a Tb.Sp das amostras D e F continuou dentro do intervalo definido para o tamanho da célula de espumas não ensaiadas (0,5 a 1,0 mm), ou seja, a microestrutura dessas amostras não sofreu grandes alterações com a aplicação de força. Quanto ao grau de anisotropia (DA), ambas as amostras revelaram um valor superior a 1, indicando que têm uma estrutura celular homogénea, sem que as suas propriedades mecânicas variem muito com a direção. Finalmente, as superfícies das espumas D e F demonstraram o mesmo grau de complexidade no espaço, visto que o valor da dimensão fractal (FD) foi idêntico entre ambas.

Dos resultados obtidos, a espuma que mostrou maior perda de material foi a D, estando mais próxima do momento da fratura. Porém, seria esperado que fosse a espuma F a ter maior risco de fratura, por ter sido sujeita a uma frequência maior (6 Hz) e ter sofrido um deslocamento nos ensaios de fadiga maior do que a espuma D (4 Hz). Embora a frequência utilizada tenha influência sobre o deslocamento dos provetes, ela não parece ter o mesmo efeito sobre os parâmetros morfométricos. Como tal, pode-se dizer que os resultados obtidos na micro-TC foram independentes da frequência aplicada nos ensaios de fadiga. No entanto, o resultado obtido está de acordo com o tratamento superficial dos implantes correspondentes. O tratamento com HSA (amostra F) tem sido associado a uma melhor adesão das células ósseas do que o tratamento com RBM (amostra D) [145]. Todavia, é mais provável que a dispersão dos dados entre as duas amostras com a mesma conexão (CM) se tenha devido: (1) aos diferentes tamanhos de matriz das imagens radiográficas; (2) às diferentes correções do *beam hardening* na reconstrução 3D; e/ou (4) aos diferentes valores limiar para os *pixels* utilizados nas imagens binarizadas [124, 125].

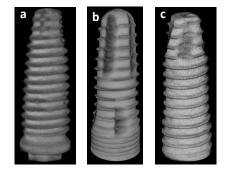


Figura 3.9 – Imagens reconstruídas de micro-TC da superfície exterior dos implantes referentes às amostras A (HE com RBM) (a); D (CM com RBM) (b); e F (CM com HSA) (c), após os ensaios de fadiga.

Observando a figura 3.9 a-c, nenhuma falha que pudesse ter sido originada durante os testes de fadiga foi encontrada na superfície exterior dos implantes. É curioso que nem o implante A tenha demonstrado falta de material, porque a respetiva espuma artificial revelou uma impureza entre as primeiras 30 fatias tomográficas, aparentemente de origem metálica. Importa referir que os implantes utilizados têm o formato e as características indicadas pelo fabricante, tal como nas imagens da figura 2.4. Fazendo uma comparação entre o formato das células, depois da remoção dos implantes das espumas (figuras 3.8 a-c), e a forma dos implantes (figuras 3.9 a-c), pode-se justificar os resultados obtidos nos testes cíclicos. As espumas A e D mantiveram o formato dos seus respetivos implantes (HE com RBM e CM com RBM), isto é, conservaram uma forma cónica ao longo do corpo e uma forma achatada ou arredondada na parte terminal. Portanto, o contato implante-espuma nestas amostras foi considerável. Pelo contrário, a estrutura alveolar da espuma F distanciou-se do formato do seu respetivo implante (CM com HSA), ao exibir uma forma reta ao longo do corpo e arredondada no ápice quando deveria ser cónica e achatada. Por isso, parte do contato implante-espuma foi comprometido nesta amostra. Assim, o menor e maior deslocamento das espumas A/D e F durante os ensaios cíclicos foi devido à criação de uma folga menor e maior entre o implante e a espuma, respetivamente.

### 3.4. MEV e EDS

Após os ensaios de fadiga, as espumas A, C e G, correspondentes a cada tipo de interface, foram escolhidas para analisar o nível de dano provocado pelo deslocamento dos implantes dentários. Utilizando a MEV, esta avaliação foi dirigida para o interior das amostras, cujas imagens foram obtidas com uma ampliação de 12x (figura 3.10 a-c). Dos resultados obtidos, a superfície de contato espuma-implante (delimitada a azul) foi a região mais afetada, onde é possível observar bandas de deformação (delimitadas a laranja) incluindo várias células. Estas tendem a ser transversais à direção da força aplicada e a aumentar de tamanho com a acumulação dos danos permanentes, que é derivada do acréscimo de ciclos. Para um número crítico de ciclos, as zonas de deformação tendem a propagar-se para um grande número de células, provocando o colapso quase total da estrutura de PU. Neste caso, o estado de deformação das espumas na figura 3.10 a-c corresponde ao último deslocamento exercido pelo implante nos ensaios de fadiga, onde a região da densificação não foi atingida.

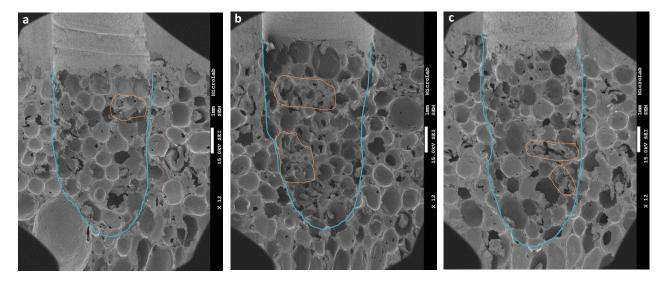


Figura 3.10 – Imagens de MEV das espumas pertencentes às amostras A (HE com RBM) (a), C (CM com RBM) (b) e G (CM com HSA) (c), após os ensaios de fadiga. Linha azul – representação da área da espuma afetada pelo respetivo implante. Linha laranja – representação das bandas de deformação geradas durante os ensaios de fadiga.

Através das amostras testadas, verifica-se que: (1) a região da espuma afetada pelo implante varia em área; e (2) as bandas de deformação variam em área, número e/ou local na superfície espuma-implante. A imagem da amostra A (HE com RBM, figura 3.10 a) foi a que demonstrou menor deformação e menor área espuma-implante afetada, com muitas células intactas e apenas uma banda de deformação, próxima da interface espuma-compósito de epóxi. Este resultado está em conformidade com a respetiva curva de fadiga (figura 3.1, amostra A), visto que foi a que apresentou menor deslocamento. Pelo contrário, a imagem obtida por Bicudo, para uma amostra com o mesmo tipo de conexão, a mesma espuma,  $F_{mean}$  semelhante (70 N) e meio seco, não apresentou nenhuma célula colapsada [98]. Embora esta imagem tenha várias células intactas em comum com a da amostra A, a imagem de Bicudo adquirida para uma  $F_{mean}$  superior (150 N) é mais parecida com a obtida neste trabalho, dado que também possui uma banda de deformação, mas próxima da zona de contato com o ápice do implante. Deste modo, é reforçada a hipótese referida anteriormente (subcapítulo 3.1), de que o mesmo de nível de deformação nos provetes com conexão HE com RBM pode ser obtido com uma força média maior em ambiente seco (ar) e menor em meio húmido (saliva artificial).

A imagem respeitante à amostra C (CM com RBM, figura 3.10 b) foi a que apresentou maior acumulação de dano, exibindo várias paredes celulares danificadas e duas bandas de deformação, uma localizada mais perto da interface espuma-compósito e outra no centro da estrutura. Cada uma possui uma área de deformação consideravelmente superior à das bandas das figuras 3.10 a e c, visto que se prolongaram para mais células ao longo das cargas cíclicas. É de notar que a banda de deformação central foi gerada adjacentemente a um conjunto de três células intactas, que aparentemente

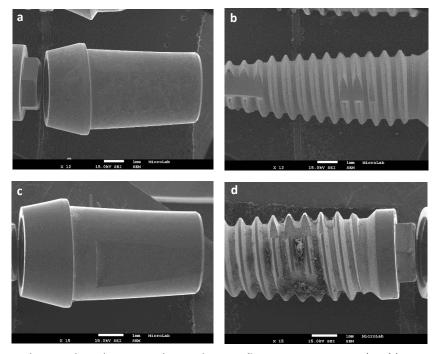
deveriam fazer parte da região espuma-implante, devido ao formato em "U" da mesma, mas resistiram ao ensaio de fadiga. Aparentemente, as espumas de PU não têm uma estrutura tão homogénea como referida pelo fabricante [100], possuindo zonas com propriedades mecânicas distintas. Este resultado também está de acordo com a respetiva curva de fadiga (figura 3.2, amostra C), visto que exibiu um deslocamento superior à da amostra A. Pelo contrário, a imagem obtida por Bicudo, para uma amostra com o mesmo tipo de conexão, a mesma espuma,  $F_{mean}$  semelhante (70 N) e ambiente seco, não apresentou nenhuma célula colapsada [98]. De fato, a imagem de Bicudo adquirida para uma  $F_{mean}$  superior (150 N) é mais parecida com a obtida neste trabalho, dado que também possui duas bandas de deformação, no meio da espuma. Mais uma vez, verifica-se que níveis de deformação idênticos nos provetes CM com RBM podem ser alcançados com uma força média maior em meio seco e menor em saliva artificial.

A imagem relativa à amostra G (CM com HSA, figura 3.10 c) foi a que mostrou maior área afetada, denotando várias células não quebradas e duas bandas de deformação. Estas têm uma área inferior à das bandas do provete C, e estão localizadas entre o meio da espuma e a zona do ápice do implante. Este resultado está consoante a respetiva curva de fadiga (figura 3.3, amostra G), por ter exibido um deslocamento ainda maior do que as amostras A e C.

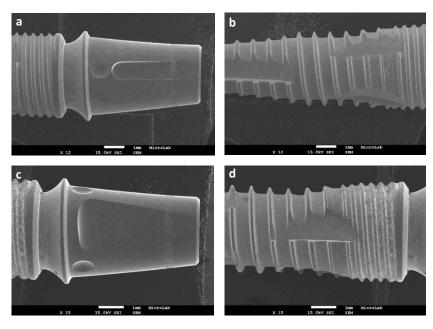
À partida, a justificação para o aumento da área afetada e/ou do número de células colapsadas nas amostras A, C e G está relacionada com o aumento do deslocamento do implante, resultante das diferentes frequências aplicadas. Dado que a espuma G apresentou maior área afetada do que a amostra C, pode-se afirmar que o CM com RBM suporta melhor os movimentos do implante do que o CM com HSA, quando uma frequência de 6 Hz é aplicada durante os ensaios de fadiga. Como a amostra A foi sujeita a uma frequência de 4,5 Hz, não se pode admitir que o HE com RBM foi a conexão que melhor resistiu aos deslocamentos do implante. No entanto, importa salientar que as células fora da área afetada, incluindo a zona abaixo do ápice do implante, não entraram em colapso em qualquer uma das três espumas.

Em seguida, os implantes e pilares A, C e G, correspondentes a cada tipo de conexão, foram escolhidos após os ensaios de fadiga para avaliar o grau de dano das suas superfícies. Imagens de MEV destas amostras e imagens de MEV de provetes não ensaiados (implantes e pilares X, Y e Z) foram obtidas com ampliação de 12x ou 15x e comparadas entre si (figuras 3.11 a 3.13). Observando estas figuras, nenhuma falha nítida que tivesse sido derivada das cargas cíclicas foi encontrada nas amostras, tal como foi constatado na micro-TC, mas todos os implantes ensaiados apresentaram resíduos de poliuretano na sua superfície que podem ter encoberto algum defeito. Enquanto o hexágono da interface implante-pilar da amostra não ensaiada manteve-se limpo, a amostra A (figura 3.11) demonstrou pequenos detritos nessa zona. Já as interfaces implante-pilar das amostras C e G não

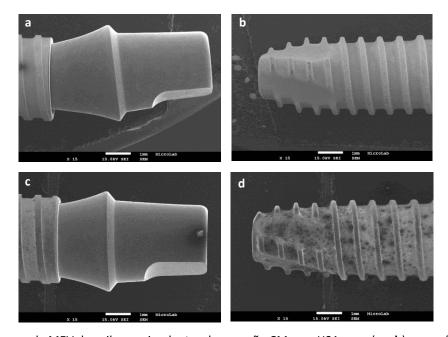
foram analisadas porque a conexão cone Morse fixou firmemente os pilares aos implantes, suportando a tese de que a conexão CM é melhor do que a HE. Este fato reforça a ideia de que, ao contrário da ligação CM, a conexão HE não veda o suficiente para impedir a entrada de partículas, tanto da saliva artificial como da espuma de PU. Das amostras analisadas, o implante A apresentou as maiores partículas presas à sua superfície, indicando que a conexão HE com RBM permitiu a melhor fixação à espuma artificial, o que está em conformidade com os ensaios de fadiga obtidos. Todavia, este resultado contradiz o que está descrito na literatura, pois uma superfície com jato de areia e ataque ácido (HSA) permite uma melhor integração do que uma superfície simplesmente tratada com jato de areia (RBM) [145].



**Figura 3.11** – Imagens de MEV dos pilares e implantes da conexão HE com RBM, sem (**a** e **b**) e com (**c** e **d**) ensaios de fadiga (amostras X e A, respetivamente).



**Figura 3.12** – Imagens de MEV dos pilares e implantes da interface CM com RBM, sem (**a** e **b**) e com (**c** e **d**) ensaios de fadiga (amostras Y e C, respetivamente).



**Figura 3.13** – Imagens de MEV dos pilares e implantes da conexão CM com HSA, sem (**a** e **b**) e com (**c** e **d**) ensaios de fadiga (amostra Z e G, respetivamente).

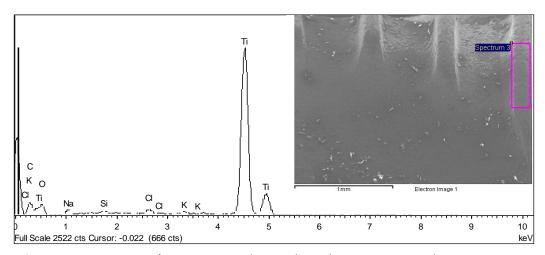
Os implantes e pilares A, C e G também foram escolhidos após estarem em contato com a saliva artificial para determinar a composição das suas superfícies. Três espectros químicos foram obtidos em cada uma das amostras ensaiadas e não ensaiadas (implantes e pilares X, Y e Z), para depois serem comparados entre si. Cada teste de EDS abrangeu diferentes áreas do provete, como uma superfície lisa, uma secção de corte, o cume de uma rosca ou entre roscas. Como seria de esperar, o

único elemento detetado em todos os pilares, sem e com ensaios de fadiga, foi o titânio (Ti 100 %), porque a solução aquosa teve pouco ou nenhum contato com esta peça. Na tabela 3.7 verificou-se que o elemento predominante nos implantes não ensaiados também foi o Ti. Apenas um dos testes do implante Z identificou também a presença de carbono (C), com um peso muito superior ao peso máximo permitido para este elemento nos implantes (0,1 %) [70, 87, 115]. No entanto, como os outros dois testes não detetaram constituintes estranhos, pode-se assegurar que a percentagem de carbono (11,92 %) não é significativa para a composição superficial do implante. Para os implantes ensaiados, o elemento principal continuou a ser o Ti, mas outros componentes já foram detetados, nomeadamente no implante G. Nesta amostra, os três testes de EDS revelaram a presença de potássio (K), cloro (Cl), sódio (Na), C ou oxigénio (O), para além do Ti (na figura 3.14 encontra-se o espectro químico e a imagem de MEV correspondentes ao terceiro teste do implante G). Como o deslocamento da amostra G foi o maior nos ensaios de fadiga, a saliva artificial teve possibilidade de entrar no interstício entre o implante e a espuma de PU e os seus componentes inorgânicos puderam ser adsorvidos na superfície rugosa do implante, constituída por uma camada de TiO₂. Já os implantes A e C não revelaram praticamente componentes estranhos na superfície porque os seus deslocamentos foram menores nos testes de fadiga, impedindo o acesso da saliva à folga implante-pilar.

Tabela 3.7 – Elementos presentes na superfície dos implantes sem e com ensaios de fadiga, detetados por EDS.

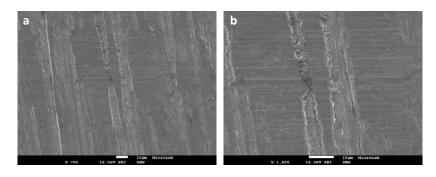
	Amostra	Teste	Local do teste	Elemento	Peso (%)
fadiga	Implante X	1º	Secção de corte	Ti	100
		2º	Secção de corte	Ti	100
		3º	Cume de uma rosca	Ti	100
fac	Implante Y	1º	Secção de corte	Ti	100
de		2º	Entre uma secção de corte e o cume de uma rosca	Ti	100
ensaios		3º	Secção de corte	Ti	100
n ei		1º Secção de corte		Ti	100
Sem	Implante Z	ante Z 2º	Entre uma secção de corte e o	С	11,92
			cume de uma rosca	Ti	88,08
		3º	Secção de corte	Ti	100
	Implante A	1º	Cume de uma rosca	С	12,94
_				Ti	87,06
fadiga		2º	Cume de uma rosca	Ti	100
fac		3º	Cume de uma rosca	Ti	100
de		1º Secção de corte		Ti	100
Com ensaios	Implante C	2º	Entre o cume e vale de uma rosca	Ti	100
		3º	Vale entre roscas	Ti	100
	Implante G			Cl	0,46
		19	Secção de corte	Na	1,32
		1-	Jecção de corte	С	7,53
					90,68

			Si	0,80
	2º	Cume de uma rosca	Na	1,21
	Z=		С	17,53
			Ti	80,86
	3ē	Cume de uma rosca	K	0,35
			Si	0,46
			Cl	0,67
			Na	2,17
			С	25,27
			0	27,35
			Ti	43,02

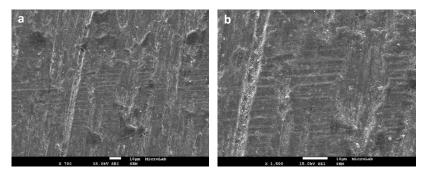


**Figura 3.14** – Espectro químico e imagem de MEV do implante G, correspondentes ao terceiro teste de EDS.

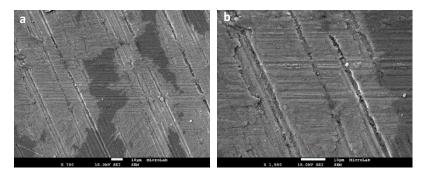
Após os ensaios nanotribológicos com saliva artificial, utilizou-se o MEV para identificar as pistas de desgaste realizadas nos implantes/pilares A, C e G. Nas figuras 3.15 a 3.19, encontram-se as imagens de MEV de apenas uma pista de cada amostra, obtidas com amplificações de 700x e 1500x. As imagens das restantes pistas detetadas podem ser consultadas no anexo A6. Em qualquer uma delas, os locais de desgaste foram formados de modo transversal ao padrão feito pelas lixas de SiC.



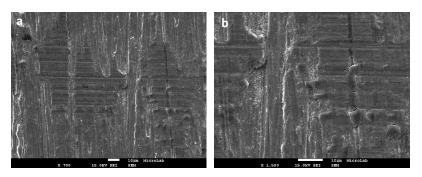
**Figura 3.15** – Imagens de MEV da segunda pista de desgaste efetuada no pilar A (HE com RBM), com ampliações de 700x (**a**) e 1500x (**b**).



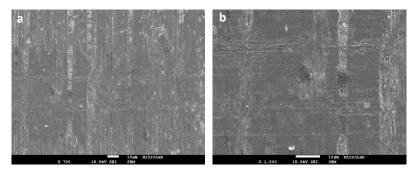
**Figura 3.16** – Imagens de MEV da terceira pista de desgaste efetuada no implante A (HE com RBM), com ampliações de 700x (**a**) e 1500x (**b**).



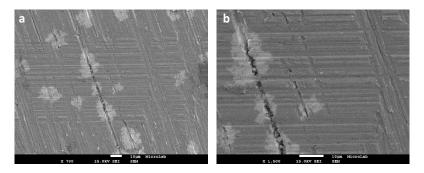
**Figura 3.17** – Imagens de MEV da primeira pista de desgaste efetuada no pilar C (CM com RBM), com ampliações de 700x (a) e 1500x (b).



**Figura 3.18** – Imagens de MEV da segunda pista de desgaste realizada no implante C (CM com RBM), com ampliações de 700x (a) e 1500x (b).



**Figura 3.19** – Imagens de MEV da primeira pista de desgaste efetuada no pilar G (CM com HSA), com ampliações de 700x (a) e 1500x (b).



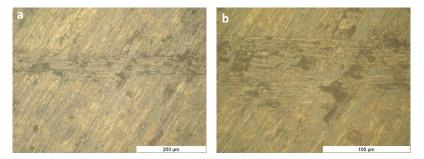
**Figura 3.20** – Imagens de MEV da terceira pista de desgaste efetuada no implante G (CM com HSA), com ampliações de 700x (**a**) e 1500x (**b**).

Nestas imagens, nota-se que o desgaste do material foi realizado principalmente por abrasão, onde as asperezas metálicas da amostra sofreram deformação plástica até fraturarem por corte e serem removidas e arrastadas ao longo da pista, devido ao contato com as asperezas da esfera. Este resultado era esperado, porque o Ti CP tem menor resistência ao desgaste do que a liga de Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V [96] - a dureza Vickers é de 260 para o primeiro material e de 360 para o segundo [63, 152, 153]. Por isso, é provável que a perda de massa tenha sido ligeiramente superior para os implantes/pilares do que para as esferas. Tendo em conta que os sólidos em contato têm uma composição semelhante, devido à presença de titânio (afinidade química), é possível que a delaminação tenha derivado de alguma adesão das duas superfícies. Para além disto, há também indícios de que a corrosão, provocada pela saliva artificial, tenha contribuído para aumentar o desgaste das amostras. Pequenas manchas esbranquiçadas, provavelmente correspondentes a corrosões locais, puderam ser observadas nas imagens de MEV das figuras 3.16, 3.19 e 3.20, que pertencem às amostras que mostraram maior coeficiente de atrito médio (figura 3.6). A camada de TiO<sub>2</sub> existente na superfície dos implantes/pilares é capaz de adsorver os iões envolventes, que por sua vez promovem a dissolução do metal [71]. À medida que este filme foi removido durante os testes nanotribológicos, a taxa de reação entre os eletrólitos da saliva e o titânio puro exposto (reativo) e a taxa de reconstrução da nova camada de passivação entraram em competição. Deste modo, assume-se que as salivas artificiais também podem despoletar uma ação corrosiva sobre os implantes dentários mesmo na ausência de iões de fluoreto, à semelhança das soluções contendo esses iões [86, 154].

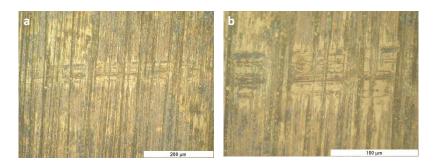
O estudo do par tribológico Ti CP/Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V em saliva artificial realizado neste trabalho também aparenta ser único por não ser encontrado na literatura científica. A maior parte dos ensaios são focados em materiais bastante diferentes entre si, nomeadamente o titânio (Ti CP ou Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V) e a zircónia (ZrO<sub>2</sub>). No trabalho desenvolvido por Moreira, o par tribológico utilizado foi o Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V/ZrO<sub>2</sub>, tendo sido testado em meio seco e em eletrólito de saliva [155]. As pistas de desgaste para as duas condições foram distintas, onde a primeira apresentou acumulação de detritos nas extremidades e a última não. Apesar de os pares tribológicos serem diferentes, os locais de desgaste obtidos em saliva artificial no presente trabalho foram idênticos aos obtidos em eletrólito de saliva no trabalho de Moreira. Ao que tudo indica, o ensaio do par Ti CP/Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V em saliva artificial é também diferente do ensaio efetuado em meio seco.

#### 3.5. Microscopia ótica

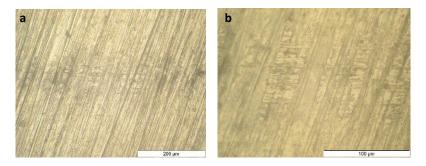
Para avaliar o efeito dos ensaios de fadiga sobre o desgaste tribológico dos sistemas de implantes dentários, compararam-se imagens de microscopia ótica de amostras sem e com ensaios de fadiga. Nas figuras 3.21 a 3.32, encontram-se as imagens de apenas uma pista de cada amostra, obtidas com amplificações de 20x e 50x. As imagens de microscopia das restantes pistas podem ser consultadas no anexo A8. Shemtov-Yona *et al* indica que a transferência de carga para um provete pode acelerar a dissolução da camada de passivação, mas estes resultados não mostram que haja influência das cargas cíclicas, pois as pistas de desgaste não mostram grandes diferenças entre amostras que não foram e foram sujeitas aos ensaios de fadiga. Curiosamente, os locais que apresentaram maior desgaste exibiram um coeficiente de atrito menor, enquanto as pistas que tiveram menor desgaste apresentaram um coeficiente de atrito maior. Nas imagens das figuas 3.21 e 3.31 foi possível observar umas pequenas manchas escuras, indicando que os componentes salinos da saliva artificial também têm capacidade para atacar o Ti CP em amostras não sujeitas aos ensaios de fadiga.



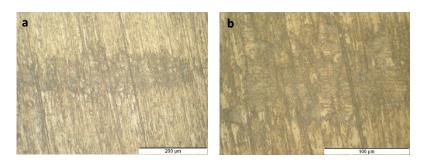
**Figura 3.21** – Imagens de microscópio ótico da segunda pista de desgaste efetuada no pilar X (HE com RBM), com ampliações de 20x (**a**) e 50x (**b**).



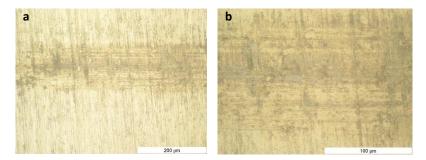
**Figura 3.22** – Imagens de microscópio ótico da segunda pista de desgaste efetuada no pilar A (HE com RBM), com ampliações de 20x (a) e 50x (b).



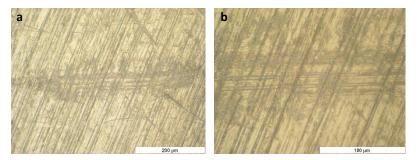
**Figura 3.23** – Imagens de microscópio ótico da terceira pista de desgaste efetuada no implante X (HE com RBM), com ampliações de 20x (**a**) e 50x (**b**).



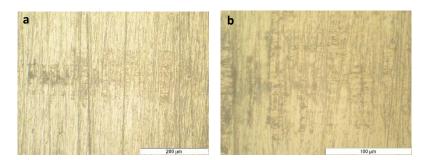
**Figura 3.24** – Imagens de microscópio ótico da terceira pista de desgaste efetuada no implante A (HE com RBM), com ampliações de 20x (**a**) e 50x (**b**).



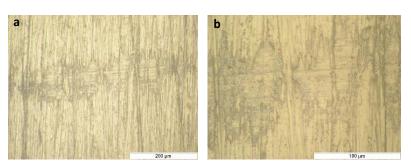
**Figura 3.25** – Imagens de microscópio ótico da primeira pista de desgaste efetuada no pilar Y (CM com RBM), com ampliações de 20x (**a**) e 50x (**b**).



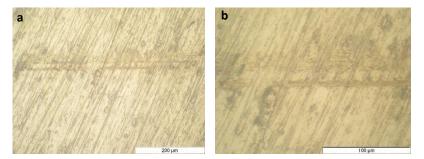
**Figura 3.26** – Imagens de microscópio ótico da primeira pista de desgaste efetuada no pilar C (CM com RBM), com ampliações de 20x (**a**) e 50x (**b**).



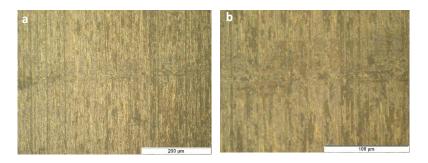
**Figura 3.27** – Imagens de microscópio ótico da segunda pista de desgaste efetuada no implante Y (CM com RBM), com ampliações de 20x (**a**) e 50x (**b**).



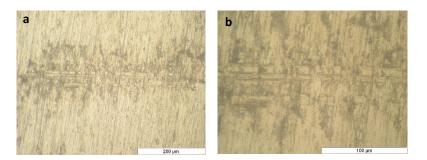
**Figura 3.28** – Imagens de microscópio ótico da segunda pista de desgaste efetuada no implante C (CM com RBM), com ampliações de 20x (a) e 50x (b).



**Figura 3.29** – Imagens de microscópio ótico da primeira pista de desgaste efetuada no pilar Z (CM com HSA), com ampliações de 20x (**a**) e 50x (**b**).



**Figura 3.30** – Imagens de microscópio ótico da primeira pista de desgaste efetuada no pilar G (CM com HSA), com ampliações de 20x (**a**) e 50x (**b**).



**Figura 3.31** – Imagens de microscópio ótico da terceira pista de desgaste efetuada no implante Z (CM com HSA), com ampliações de 20x (**a**) e 50x (**b**).

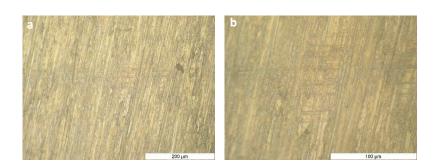


Figura 3.32 – Imagens de microscópio ótico da terceira pista de desgaste efetuada no implante G (CM com HSA), com ampliações de 20x (a) e 50x (b).

#### 4. Conclusões

Nas curvas deslocamento vs. número de ciclos, o deslocamento verificado nas amostras correspondeu ao micromovimento dos sistemas de implantes dentários dentro da espuma de poliuretano à qual foram inseridos. Este foi devido à aplicação das cargas cíclicas ao longo do tempo e traduz-se no comportamento em fadiga do osso trabecular artificial, idêntico ao do osso trabecular natural. Para amostras com as conexões/tratamentos HE e CM com RBM, a espuma demonstrou: (1) uma região elástica a um número baixo de ciclos, resultante da flexão das paredes celulares; e (2) uma deformação plástica a um número mais elevado de ciclos, devida ao colapso progressivo das células. Para as amostras com o sistemas/acabamento CM com HSA, a espuma mostrou um perfil distinto, sem seção do amaciamento do material. Como este tipo de conexão apresentou os valores de deslocamento mais elevados, seria esperado que a espuma de PU correspondente apresentasse as maiores bandas de deformação no MEV, o que não aconteceu. A espuma correspondente à conexão CM com HSA é que demonstrou as bandas de deformação mais largas. Deste modo, a espuma da conexão CM e HSA apresentou pior desempenho que os sistemas HE com RBM, o que vem contrariar o descrito na literatura. No entanto, verifica-se que tanto na micro-CT como no MEV, os implantes e pilares ensaiados não apresentaram falhas que pudessem ter derivado da fadiga do material, à ampliação observada.

Apesar de vários trabalhos, que fazem uma análise mais clínica das propriedades mecânicas do osso trabecular, a abordagem da ciência dos materiais na micro-TC para este tipo de sólido celular não é comum, sendo complementar ao trabalho apresentado na literatura. Fazendo uma comparação a MEV é mais detalhada do que a micro-TC, uma vez que a primeira define as partículas de poliuretano incrustadas na superfície do implante após extração, enquanto a segunda técnica não.

Relativamente aos ensaios de tribologia, os tipos de desgaste, como a ação mecânica e a corrosão, podem ocorrer sequencialmente ou simultaneamente no mesmo par tribológico. Dos resultados obtidos, a saliva artificial, mesmo na ausência de fluor, aparentou ser um ambiente agressivo para o Ti CP dos implantes/pilares dentários, tanto com ensaios de fadiga como sem.

O preenchimento gradual das lacunas da tribologia permite assim impulsionar a inovação dos sistemas de implantação, tentando-se ultrapassar os problemas resultantes da rugosidade e/ou do tamanho do grão na superfície dos implantes. A discrepância nos valores dos coeficientes de atrito entre as amostras também pode ter sido devida à ação capilar do fluido salivar. Pequenas fraturas granulares na zona de contato foram observadas em algumas amostras, indicando que a fadiga foi o modo de falha [86].

#### 5. Trabalho futuro

- Realizar as taxas de desgaste das pistas de nanotribologia, utilizando um perfilómetro. Haverá
  competição entre a taxa de reconstrução espontânea da camada oxidativa e a taxa de reação
  entre o Ti debaixo da camada oxidativa e os eletrólitos saliva?
- Utilizar saliva artificial com flúor nos ensaios de fadiga e comparar com os resultados obtidos neste trabalho, para verificar a influência deste elemento sobre os implantes dentários metálicos.
- Realizar ensaios de tribocorrosão, para confirmar o efeito erosivo e corrosivo da saliva sobre os implantes.
- Substuitir as espumas de PU por osso natural nos ensaios de fadiga, de modo a aproximar as condições experimentais das condições in vivo.
- Executar estudos preliminares nas variáveis da micro-TC antes de prosseguir para a análise definitiva. Mudanças nos parâmetros podem influenciar as imagens reconstruídas, dando origem a uma variabilidade elevada dos parâmetros microestruturais 3D [149].
- Remover as partículas de espuma de PU da superfície dos implantes após remoção, de modo a poder-se fazer uma avaliação mais microscópia no MEV.
- Utilizar uma célula de líquidos para evitar a ação capilar da solução líquida, e assim aproximar as condições experimentais às existentes na cavidade oral.
- Idealmente, estudar as interfaces HE com RBM; HE com HSA; CM com RBM; e CM Com HSA
  para saber a influência da superfície e da conexão sobre o desempenho em fadiga dos
  implantes.
- Aprofundar o estudo da influência do tratamento superficial sobre a fadiga dos implantes,
   porque só há estudos da influência destes acabamentos na cavidade oral.
- Realizar ensaios nanotribológicos com e sem ensaios de fadiga mas em meio seco, para depois comparar esses resultados com os obtidos neste trabalho.

### 6. Referências bibliográficas

- [1] Christopoulos, A. (2015). "Mouth Anatomy". Medscape. [Online]. Disponível em: http://emedicine.medscape.com/article/1899122-overview. [Acedido a: 14-Ago-2016].
- [2] Nelson, S. et al. (2013). "Wheeler's Dental Anatomy, Physiology, and Occlusion", 9ª edição. St. Louis, Missouri: Elsevier.
- [3] Metivier, A. et al. (2013). "Dental Anatomy: A Review". Dental Care, 11–19.
- [4] Robey, P. (1996). "Vertebrate Mineralized Matrix Proteins: Structure and Function". Connective Tissue Research., 35. 1–4, 131–136.
- [5] Nanci, A. (2008). "Ten Cate's Oral Histology: Development, Structure, and Function", 8ª edição. Montreal, Quebec, Canadá: Elservier.
- [6] "Dental Anatomy Vocabulary". [Online]. Disponível em: http://www.proprofs.com/flashcards/story.php?title=dental-anatomy-unit-1-2. [Acedido a: 15-Ago-2016].
- [7] "PROTECT YOUR TEETH AND GUMS WITH THESE ORAL HEALTH TIPS AND RESOURCES". [Online]. Disponível em: http://www.proteethguard.com/oral-health-tips-and-resources/. [Acedido a: 15-Ago-2016].
- [8] Johnson, C. (1998). "Biology of the Human Dentition".
- [9] Bath-Balogh, M. et al. (2011). "Illustrated Dental Embryology, Histology, and Anatomy", 3ª edição. E.U.A.: Elsevier.
- "Oral Histology Dental Pulp". University of Kentucky College of Medicine. [Online]. Disponível em: http://www.uky.edu/~brmacp/oralhist/module4/lecture/oh4lect.htm. [Acedido a: 06-Out-2016].
- [11] Lewis, R. *et al.* (2005). "Wear of human teeth: a tribological perspective". Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology, 219. 1, 2–19.
- [12] Humphrey, S. *et al.* (2001). "A review of saliva: Normal composition, flow, and function". Journal of Prosthetic Dentistry, 85. 2, 162–169.
- [13] Morgan-Bathke, M. et al. (2014). "Salivary Glands and Saliva", 3ª edição. Tucson, Arizona, E.U.A.: Elsevier.
- [14] Fehrenbach, M. *et al.* (2012). "Illustrated Anatomy of the Head and Neck", 4º edição. Philadelphia, Pensilvânia, E.U.A.: Elsevier.
- [15] Hand, A. *et al.* (1999). "Morphological features of the minor salivary glands". Archives of Oral Biology, 44. S3-10.
- [16] Whelton, H. "Introduction: the anatomy and physiology of salivary glands". Dafpus. 1–36.
- [17] Aranha, F. (2009). "Bioquímica odontológica", 3ª edição. Sarvier.
- [18] García-Godoy, F. *et al.* (2008). "Maintaining the integrity of the enamel surface: The role of dental biofilm, saliva and preventive agents in enamel demineralization and remineralization". Journal of the American Dental Association, 139. 255–34S.
- [19] Varga, G. (2012). "Physiology of the salivary glands". Surgery, 30. 11, 578–583.
- [20] Preethi, B. *et al.* (2010). "Evaluation of Flow Rate, pH, Buffering Capacity, Calcium, Total Proteins and Total Antioxidant Capacity Levels of Saliva in Caries Free and Caries Active Children: An In Vivo Study". Indian Journal of Clinical Biochemistry, 25. 4, 425–428.
- [21] Cruz, M. et al. (2014). "Efeitos dos estimulantes gustativos de secreção salivar e a sua libertação de flúor na saliva". Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial, 55. 1, 29–35.
- [22] Lynch, R. *et al.* (2004). "Low-levels of fluoride in plaque and saliva and their effects on the demineralisation and remineralisation of enamel; role of fluoride toothpastes". International Dental Journal, 54. 304–309.

- [23] Peyron, M. *et al.* (2016). "An update about artificial mastication". Current Opinion in Food Science, 9. 21–28.
- [24] Bilt, A. et al. (2006). "Oral physiology and mastication". Physiology & Behavior, 89. 22–27.
- [25] Gerstner, G. *et al.* (2011). "Mammalian Oral Rhythms and Motor Control". Biomechanics in Applications. University of Michigan, Klika, V. Edição. Ann Arbor, Michigan, E.U.A.: InTech.
- [26] Mioche, L. *et al.* (1995). "Bite force displayed during assessment of hardness in various texture contexts". Archives of Oral Biology, 40. 5, 415–423.
- [27] Peyron, M. *et al.* (2004). "Influence of Age on Adaptability of Human Mastication". Journal of Neurophysiology, 92. 773–779.
- [28] Helkimo, E. *et al.* (1976). "Bite force and state of dentition". Acta Odontologica Scandinavica, 35. 297–303.
- [29] Gay, T. *et al* (1994). "Estimating human incisal bite forces from the electromyogram/bite-force function," Archives of Oral Biology, 39. 2, 111–115.
- [30] Koc, D. *et al.* (2010). "Bite Force and Influential Factors on Bite Force Measurements: A Literature Review". European Journal of Dentistry, 4. 223–232.
- [31] Bakke, M. (2006). "Bite Force and Occlusion". Seminars in Orthodontics, 12. 2, 120–126.
- [32] Anusavice, K. et al. (2013). "Phillips Materiais Dentários", 12ª edição. Rio de Janeiro, Brasil: Elsevier.
- [33] Elias, C. (2011). "Factors Affecting the Success of Dental Implants, Implant Dentistry A Rapidly Evolving Practice". Instituto Militar de Engenharia, Turkyilmaz, I. Edição. Rio de Janeiro, Brasil: InTech.
- [34] Ordem dos Médicos Dentistas. (2015). "Quase metade dos portugueses não vai ao médico dentista há mais de um ano". [Online]. Disponível em: https://www.omd.pt/noticias/2015/10/barometro-saudeoral. [Acedido a: 14-Out-2016].
- [35] Crespo, R. (2012). "O impacto da falta de dentes (Edentulismo) na qualidade de vida na população e como resolver". Programa Harvard Medical School Portugal. [Online]. Disponível em: https://hmsportugal.wordpress.com/2012/04/10/o-impacto-da-falta-de-dentes-edentulismo-na-qualidade-de-vida-na-populacao-e-como-resolver/. [Acedido a: 14-Out-2016].
- [36] Abraham, C. (2014). "A Brief Historical Perspective on Dental Implants, Their Surface Coatings and Treatments". The Open Dentistry Journal, 8. Suppl 1-M2, 50–55.
- [37] Balaji, S. (2007). "Textbook of Oral and Maxillofacial Surgery", 1º edição. Índia: Elsevier.
- [38] Greenfield, E. (1991). "Implantation of artificial crown and bridge abutments. 1913". International Journal of Oral Implantology: implantologist, 7. 2, 63–8.
- [39] Pulec, B. (2012). "In Office Monitoring and Maintenance of Dental Implants". Dental Implant Life. [Online]. Disponível em: http://www.dentalimplantlife.com/2012/01/in-office-monitoring-and-maintenance-of-dental-implants/. [Acedido a: 14-Out-2016].
- [40] EpiNeo. (2011). "Rimozione dei denti e impianti". [Online]. Disponível em: http://epineo.blogspot.pt/2011\_11\_01\_archive.html. [Acedido a: 14-Out-2016].
- [41] Atsumi, M. *et al.* (2007). "Methods Used to Assess Implant Stability: Surrent status". International Journal of Oral & Maxillofacial Implants, 22. 743–754.
- [42] Elias, C. et al. (2008). "Relationship between surface properties (roughness, wettability and morphology) of titanium and dental implant removal torque". Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 1. 3, 234–242.
- [43] Santos, M. (2011). "Estabilidade primária de implantes". Universidade Fernando Pessoa.
- [44] Dental Implant Cost Guide. (2014). "Types of Dental Implants". [Online]. Disponível em: http://www.dentalimplantcostguide.com/types-of-dental-implants/. [Acedido a: 26-Out-2016].
- [45] Oliscovicz, N. *et al.* (2013). "Effect of implant design and bone density in primary stability". Brazilian Journal of Oral Sciences, 12. 3, 158–163.

- [46] Brånemark, P. *et al.* (1969). "Intraosseous anchorage of dental prostheses. I. Experimental studies". Scandinavian Journal of Plastic and Reconstructive Surgery, 3. 2, 81–100.
- [47] Javed, F. *et al.* (2013). "Role of primary stability for successful osseointegration of dental implants: Factors of influence and evaluation". Interventional Medicine & Applied Science, 5. 4, 162–167.
- [48] Wong, M. *et al.* (1995). "Effect of surface topology on the osseointegration of implant materials in trabecular bone" Journal of Biomedical Materials Research, 29. 1567–1575.
- [49] DIO Implant. (2015). "UFII implant" 1, Yangsan, Kyungnam, Coreia do Sul.
- [50] Dentala. "DIO DENTAL IMPLANT SYSTEMS". [Online]. Disponível em: http://www.dentala.co.uk/collections/implants. [Acedido a: 24-Out-2016].
- [51] Renouard, F. *et al.* (2006). "Impact of implant length and diameter on survival rates". Clinical Oral Implants Research, 17. 2, 35–51.
- [52] Olate, S. *et al.* (2010). "Influence of Diameter and Length of Implant on Early Dental Implant Failure". Journal of Oral and Maxillofacial Surgery, 68. 414–419.
- [53] Feldman, S. *et al.* (2004). "Five-Year Survival Distributions of Short-Length (10 mm or less) Machined-Surfaced and Osseotite Implants". Clinical Implant Dentistry and Related Research, 6. 1, 16–23.
- [54] Barikani, H. *et al.* (2014). "The effect of shape, length and diameter of implants on primary stability based on resonance frequency analysis". Dental Research Journal (Isfahan), 11. 1, 87–91.
- [55] O'Sullivan, D. *et al.* (2005). "Influence of implant taper on the primary and secondary stability of osseointegrated titanium implants". Clinical Oral Implants Research, 15. 474–480.
- [56] Lee, J. *et al.* (2005). "Effect of implant size and shape on implant success rates: A literature review". Journal of Prosthetic Dentistry, 94. 377–381.
- [57] Pessoa, R. *et al.* (2010). "Influence of implant connection type on the biomechanical environment of immediately placed implants CT-based nonlinear, three-dimensional finite element analysis". Clinical Implant Dentistry and Related Research, 12. 3, 219–234.
- [58] Maeda, Y. *et al.* (2006). "In vitro differences of stress concentrations for internal and external hex implant-abutment connections: a short communication". Journal of Oral Rehabilitation, 33. 75–78.
- [59] Feitosa, P. *et al.* (2013). "Stability of external and internal implant connections after a fatigue test". European Journal of Dentistry, 7. 3, 267–271.
- [60] McArdle, B. (2016). "The Advantages of the Morse Taper Dental Implant Connection," Todays Dental News. [Online]. Disponível em: http://www.dentistrytoday.com/news/todays-dental-news/item/747-the-advantages-of-the-morse-taper-dental-implant-connection. [Acedido a: 06-Nov-2016].
- [61] Albrektsson, T. *et al.* (1986). "The Long-Term Efficacy of Currently Used Dental Implants: A Review and Proposed Criteria of Success". International Journal of Oral and Maxillofacial Implants, 1. 1, 11–25.
- [62] Dental Implants Net. (2011). "Materials and Shapes for Dental Implants". [Online]. Disponível em: http://www.dc-dental-implants.net/dental-implants/components/materials.html. [Acedido a: 26-Out-2016].
- [63] Straumann®. (2014). "Basic information on the surgical and prosthetic procedures Straumann® PURE Ceramic Implant". Basel, Suíça, 1-32.
- [64] McCracken, M. (1999). "Dental Implant Materials: Commercially Pure Titanium and Titanium Alloys". Journal of Prosthodontics, 8. 1, 40–43.
- [65] ASM International. (1990). "ASM Handbook: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials", 2. 1-1328.
- [66] Ellingsen, J. *et al.* (2006). "Advances in dental implant materials and tissue regeneration". Periodontology 2000, 41. 136–156.
- [67] Ballo, A. *et al.* (2011). "Dental Implant Surfaces Physicochemical Properties, Biological Performance, and Trends". Implant Dentistry A Rapidly Evolving Practice, Turkyilmaz, I. Edição. Rijeka, Croácia: InTech. 1-40.

- [68] Brånemark, P. *et al.* (1985). "Tissue-integrated prostheses: Osseointegration in clinical dentistry". The Journal of Prosthetic Dentistry, 54. 4, 611–612.
- [69] 1888Implant. (2012). "Dental Implant Surfaces". [Online]. Disponível em: http://www.1888implant.com/mobile/dental\_implants.html. [Acedido a: 27-Out-2016].
- [70] Le Guéhennec, L. *et al.* (2007). "Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration". Dental Materials, 23. 844–854.
- [71] Wennerberg, A. *et al.* (1996). "Experimental study of turned and grit-blasted screw-shaped implants with special emphasis on effects of blasting material and surface topography". Biomaterials, 17. 15–22.
- [72] Turkyilmaz, I. *et al.* (2008). "Influence of bone density on implant stability parameters and implant success: a retrospective clinical study". BioMed Central Oral Health, 32. 1-8.
- [73] Gulsahi, A. (2011). "Bone Quality Assessment for Dental Implants, Implant Dentistry The Most Promising Discipline of Dentistry". Turkyilmaz, I. Edição. Ankara, Turquia: InTech, 1-17.
- [74] Chugh, T. *et al.* (2013). "Bone density and its importance in orthodontics". Journal of Oral Biology and Craniofacial Research, 3. 2, 92–97.
- [75] Misch, C. (2015). "7: Bone Density: A Key Determinant for Treatment Planning". Pocket Dentistry. [Online]. Disponível em: http://pocketdentistry.com/7-bone-density-a-key-determinant-for-treatment-planning/. [Acedido a: 23-Nov-2016].
- [76] Misch, C. (2015). "32: Progressive Bone Loading". Pocket Dentistry. [Online]. Disponível em: http://pocketdentistry.com/32-progressive-bone-loading/. [Acedido a: 22-Nov-2016].
- [77] Mrzezo. (2015). "6: Bone". Pocket Dentistry. [Online]. Disponível em: http://pocketdentistry.com/6-bone/. [Acedido a: 23-Nov-2016].
- [78] Misch, C. (2008). "Contemporary Implant Dentistry", 3ª edição. Elsevier.
- [79] Misch, C. (2015). "29: Density of Bone: Effect on Surgical Approach and Healing". Pocket Dentistry. [Online]. Disponível em: http://pocketdentistry.com/29-density-of-bone-effect-on-surgical-approach-and-healing/. [Acedido a: 30-Dez-2016].
- [80] Norton, A. (2005). "Protocolo cirúrgico para colocação de implantes em função da densidade óssea". Universidade do Porto.
- [81] Herekar, M. *et al.* (2014). "A correlation between bone (B), insertion torque (IT), and implant stability (S): BITS score". Journal of Prosthetic Dentistry, 112. 4, 805–810.
- [82] Turkyilmaz, I. *et al.* (2008). "Two Alternative Surgical Techniques for Enhancing Primary Implant Stability in the Posterior Maxilla: A Clinical Study Including Bone Density, Insertion Torque, and Resonance Frequency Analysis Data". Clinical Implant Dentistry and Related Research, 10. 4, 231–237.
- [83] Beer, A. *et al.* (2003). "Correlation of insertion torques with bone mineral density from dental quantitative CT in the mandible". Clinical Oral Implants Research, 14. 616–620.
- [84] Trisi, P. *et al.* (2009). "Implant micromotion is related to peak insertion torque and bone density". Clinical Oral Implants Research, 20. 467–471.
- [85] Melo, C. (2015). "Ensaios De Fadiga Mecânica Sobre Conexões Implante Pilar". Universidade Fernando Pessoa.
- [86] Shemtov-Yona, K. *et al.* (2014). "The effect of oral-like environment on dental implants fatigue performance". Clinical Oral Implants Research, 25. e166–e170.
- [87] Ayllón, J. et al. (2014). "Fatigue Life Estimation in Dental Implants". Engineering Fracture Mechanics.
- [88] Shemtov-Yona, K. *et al.* (2014). "Identification of failure mechanisms in retrieved fractured dental implants". Engineering Failure Analysis, 38. 58–65.
- [89] Pazos, L. *et al.* (2010). "Effect of surface treatments on the fatigue life of titanium for biomedical applications". Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 3. 6, 416–424.
- [90] Zhou, Z. et al. (2008). "Tribology of dental materials: a review". Journal of Physics D: Applied Physics, 41.

1-22.

- [91] Jin, Z. et al. (2006). "(v) Biotribology". Current Orthopaedics, 20. 32–40.
- [92] Gebeshuber, I. *et al.* (2005). "Diatom Bionanotribology Biological Surfaces in Relative Motion: Their Design, Friction, Adhesion, Lubrication and Wear". Journal of Nanoscience and Nanotechnology, 5. 1, 1–9.
- [93] Mair, L. (1992). "Wear in dentistry-current terminology". Journal of Dentistry, 20. 140–144.
- [94] Mate, C. (2008). "Tribology on the Small Scale A Bottom Up Approach to Friction, Lubrication, and Wear". Oxford University. Nova lorque, E.U.A.: Oxford University Press Inc.
- [95] Zappone, B. *et al.* (2007). "Role of nanometer roughness on the adhesion and friction of a rough polymer surface and a molecularly smooth mica surface". Tribology Letters, 26. 3, 191–201.
- [96] Zhou, Z. *et al.* (2015). "Biotribology: Recent progresses and future perspectives". Biosurface and Biotribology, 1. 3–24.
- [97] Licausi, M. *et al.* (2013). "Tribocorrosion mechanisms of Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V biomedical alloys in artificial saliva with different pHs". Journal of Physics D: Applied Physics, 46. 1-10.
- [98] Bicudo, P. (2015). "Comportamento Mecânico de Implantes Dentários". Instituto Superior Técnico.
- [99] Sawbones. (2016). "Cranio and Maxillofacial Surgical Catalog". Vashon Island, Washington, E.U.A. 1-14.
- [100] Sawbones. (2016). "Biomechanical Test Materials". Vashon Island, Washington, E.U.A. 1-13.
- [101] Shim, V. et al. (2012). "Use of Polyurethane Foam in Orthopaedic Biomechanical Experimentation and Simulation". InTech. 171–200.
- [102] ASTM International. "ASTM F1839 08(2016) Standard Specification for Rigid Polyurethane Foam for Use as a Standard Material for Testing Orthopaedic Devices and Instruments". West Conshohocken, Pensilvânia, E.U.A.
- [103] A Plus Spray Foam LLC. (2017). "Closed cell VS Open cell foam". [Online]. Disponível em: http://www.aplussprayfoam.com/?page\_id=84. [Acedido a: 24-Nov-2016].
- [104] University of Glasgow. "Bone". [Online]. Disponível em: http://www.gla.ac.uk/ibls/US/fab/tutorial/generic/bonet.html. [Acedido a: 12-Dez-2016].
- [105] Sawbones. "Cellular Block 20 PCF". [Online]. Disponível em: http://www.sawbones.com/Catalog/Biomechanical/Biomechanical Test Materials/1522-12. [Acedido a: 26-Jul-2016].
- [106] Sawbones. "Sawbones Fourth-Generation Simulated Cortical Bone (Short Fiber Filled Epoxy)". MatWeb. [Online]. Disponível em: http://www.matweb.com/search/datasheettext.aspx?matguid=14f152aec09e43e8a7861742be6c6cd3. [Acedido a: 26-Jun-2016].
- [107] Sawbones. "Short Fiber Filled Epoxy Sheet (2 mm)". [Online]. Disponível em: http://www.sawbones.com/Catalog/Biomechanical/Biomechanical Test Materials/3401-01. [Acedido a: 26-Jul-2016].
- [108] ASTM International. (2015) "ASTM D695-15, Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Plastics". West Conshohocken, Pensilvânia, E.U.A.
- [109] DIO Technology Research Institute. "SMile Implant System Surgical Manual (version 1)". Yangsan, Kyungnam, Coreia do Sul. 1-58.
- [110] Implant Part. (2017). "RBM SURFACE INFORMATION". [Online]. Disponível em: https://www.implantpart.com/rbm-surface-information/. [Acedido a: 26-Fev-2017].
- [111] Piattelli, M. et al. (2002). "Bone Response to Machined and Resorbable Blat Material Titanium Implants: An Experimental Study in Rabbits". Journal of Oral Implantology, 28. 1, 2–8.
- [112] Noris Medical. "RBM Process". [Online]. Disponível em: https://www.norismedical.com/products/processes/. [Acedido a: 19-Jun-2017].

- [113] DIO Implant. (2013). "DIO Implant Product Catalog (version 3) SM Torx/ExtraWide Implant System, NarrowFix Implant System, ProTem Implant System, Surgical Instrument, and Dental Product". Yangsan, Kyungnam, Coreia do Sul.
- [114] Huang, J. *et al.* (2017). "Nanotubular topography enhances the bioactivity of titanium implants". Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine. 1–11.
- [115] Oldani, C. *et al.* (2012). "Titanium as a Biomaterial for Implants". Recent Advances in Arthroplasty, Fokter, S. Edição. Rijeka, Croácia: InTech. 149–162.
- [116] DIO Implant. "DIO Implant System external system catalog". Yangsan, Kyungnam, Coreia do Sul.
- [117] OSSEOsource. "Dental Implant Name: External FTN Regular (4.1)". [Online]. Disponível em: http://osseosource.com/dental-implants/product\_info.php?products\_id=720. [Acedido a: 17-Jun-2016].
- [118] DIO Implant HQ. (2013). "DIO Implant UF system". Yangsan, Kyungnam, Coreia do Sul.
- [119] International Organization for Standardization (ISO). (2007). "ISO 14801:2007(en) Dentistry Implants Dynamic fatigue test for endosseous dental implants". Genebra, Suíça.
- [120] UNI EN ISO. (2006). "Prova di fatica per impianti dentali intraossei". Milano, Itália. 1-10.
- [121] Materion Brush Inc. (2013). "Fatigue and Stress Ratios". E.U.A.
- [122] Instron. "Stress Ratio". Illinois Tool Works Inc. [Online]. Disponível em: http://www.instron.us/en-us/our-company/library/glossary/s/stress-ratio. [Acedido a: 01-Jan-2017].
- [123] Göhring, T. *et al.* (2004). "In vitro microleakage of adhesive-sealed dentin with lactic acid and saliva exposure: A radio-isotope analysis". Journal of Dentistry, 32. 235–240.
- [124] Vale, A. *et al.* (2013). "Micro-computed tomography assessment of human femoral trabecular bone for two disease groups (fragility fracture and coxarthrosis): Age and gender related effects on the microstructure". Journal of Biomedical Science and Engineering, 6. 175–184.
- [125] Fernandes, P. (2014). "Aplicação da Microtomografia Computadorizada para a Análise Morfométrica Bi e Tridimensional na Avaliação da Perda Óssea Experimental em Ratos". Universidade de São Paulo.
- [126] De-Deus, G. *et al.* (2015). "Micro-CT Evaluation of Non- instrumented Canal Areas with Different Enlargements Performer by NiTi Systems". Brazilian Dental Journal, 26. 6, 624–629.
- [127] Scarfe, W. *et al.* (2008). "What is Cone-Beam CT and How Does it Work?". Dental Clinics of North America, 52. 707–730.
- [128] Rawlins, L. "Grit Size Comparison Chart". University of Rochester. [Online]. Disponível em: http://www.cs.rochester.edu/u/roche/rec.wood.misc/grit.sizes.html. [Acedido a: 29-Mar-2017].
- [129] Liu, Y. *et al.* (2006). "Friction and adhesion in boundary lubrication measured by microtribometers". Tribology International, 39. 12, 1674–1681.
- [130] CSM Instruments SA. "NanoTribometer. Ultra low friction, small mechanisms". Peseux, França. 1-2.
- [131] McGarry, J. *et al.* (2008). "Dynamic Evaluation of Forces During Mastication". Worcester Polytechnic Institute.
- [132] AZO Materials. "Titanium Alloys Ti6Al4V Grade 5". U.S. Titanium Industry Inc. [Online]. Disponível em: http://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=1547. [Acedido a: 24-Mar-2017].
- [133] Wittke, J. (2015). "ELECTRON MICROANALYSIS CORE FACILITY". Northem Arizona University. [Online]. Disponível em: http://nau.edu/cefns/labs/electron-microprobe/glg-510-class-notes/instrumentation/. [Acedido a: 31-Mar-2017].
- [134] Australian Microscopy & Microanalysis Research Facility (AMMRF). (2011). "Generation of X-rays in the Electron Microscope". [Online]. Disponível em: http://li155-94.members.linode.com/myscope/analysis/eds/xraygeneration/. [Acedido a: 31-Mar-2017].
- [135] PhotoMetrics, Inc. "Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM)". [Online]. Disponível em: http://photometrics.net/field-emission-scanning-electron-microscopy-fesem/. [Acedido a: 03-Apr-

- 2017].
- [136] Hafner, B. (2007). "Scanning Electron Microscopy Primer". Twin Cities, Minnesota, E.U.A.
- [137] AMMRF. (2014). "Background information What is energy dispersive X-ray spectroscopy?". [Online]. Disponível em: http://www.ammrf.org.au/myscope/analysis/eds/#term. [Acedido a: 03-Apr-2017].
- [138] Olympus. "Compact Inverted Metallurgical Microscope CK40M". 1-6.
- [139] Vries, D. (2009). "Characterization of polymeric foams". Universidade Tecnológica de Eindhoven.
- [140] Ashby, M. *et al.* (1983). "The Mechanical Properties of Cellular Solids". Metallurgical Transactions A, 14A. 1755–1769.
- [141] Gibson, L. (2005). "Biomechanics of cellular solids". Journal of Biomechanics, 38. 377–399.
- [142] Gibson L. *et al*, (1999). "Cellular solids: structure & properties", 3ª edição. Cambridge: Cambridge University Press.
- [143] Steinebrunner, L. *et al.* (2008). "Implant-abutment interface design affects fatigue and fracture strength of implants". Clinical Oral Implants Research, 19. 1276–1284.
- [144] Ribeiro, C. *et al.* (2010). "Resistance of three implant-abutment interfaces to fatigue testing". Journal of Applied Oral Science. 413–420.
- [145] Ahmed, E. *et al.* (2014). "The Survival Rate of RBM Surface versus SLA Surface in Geometrically Identical Implant Design". Journal of Oral Biology, 1. 1, 1–8.
- [146] Pintinha, M. et al. (2013). "Effect of mechanical loading on the removal torque of different types of tapered connection abutments for dental implants". Journal of Prosthetic Dentistry, 110. 5, 383–388.
- [147] Dendorfer, S. *et al.* (2008). "Anisotropy of the fatigue behaviour of cancellous bone". Journal of Biomechanics, 41. 636–641.
- [148] Dendorfer, S. *et al.* (2009). "Fatigue damage in cancellous bone: An experimental approach from continuum to micro scale". Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2. 113–119.
- [149] Vale, A. *et al.* (2013). "Micro-computed tomography and compressive characterization of trabecular bone". Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 438. 199–205.
- [150] microCT world. "The surface of an object. Bone surface (BS) and specific bone surface (BS/BV)". [Online]. Disponível em: http://microctworld.net/the-surface-of-an-object-bone-surface-bs-and-specific-bone-surface-bsbv/. [Acedido a: 08-Jun-2017].
- [151] microCT world. "Trabecular Thickness (Tb.Th), Trabecular Spacing (Tb.Sp), Trabecular Number (Tb.N)". [Online]. Disponível em: http://microctworld.net/trabecular-thickness-tb-th-trabecular-spacing-tb-sp-trabecular-number-tb-n/. [Acedido a: 08-Jun-2017].
- [152] Rocha, S. *et al.* (2006). "Vickers Hardness of Cast Commercially Pure Titanium and Ti-6Al-4V Alloy Submitted to Heat Treatments". Brazilian Dental Journal, 17. 2, 126–129.
- [153] Shemtov-Yona, K. *et al.* (2014). "Mechanical assessment of grit blasting surface treatments of dental implants". ournal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 39. 375–390.
- [154] Licausi, M. *et al.* (2013). "Influence of the fabrication process and fluoride content on the tribocorrosion behaviour of Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V biomedical alloy in artificial saliva". Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 20. 137–148.
- [155] Moreira, V. (2014). "Comportamento tribológico do sistema Zircónia/Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V utilizado em implantes dentários". Instituto Superior Técnico.
- [156] Tolley, G. et al. (2016). "BEAM HARDENING WHAT IS IT AND HOW TO REDUCE IT". North Star Imaging USA. [Online]. Disponível em: http://4nsi.com/blog/2016/02/12/beam-hardening/. [Acedido a: 15-Mar-2017].
- [157] Ho, J. *et al.* (2013). "Trabecular bone structural parameters evaluated using dental cone-beam computed tomography: cellular synthetic bones". BioMedical Engineering OnLine, 12. 115.

### 7. Anexos

### A1. Concentração de fluoreto (em ppm) na saliva humana em repouso

$$M(F, fl\'uor) = 19 g/mol$$

Saliva em repouso: 1,37 µmol/L (ver tabela 1.2)

$$1 ppm = 1 mg/L$$

 $1 \, mol = 1 \times 10^6 \, \mu mol$ 

$$\frac{1 \,\mu mol \times 19 \,g}{1 \times 10^6 \,\mu mol} = 1{,}9 \times 10^{-5} \,g$$

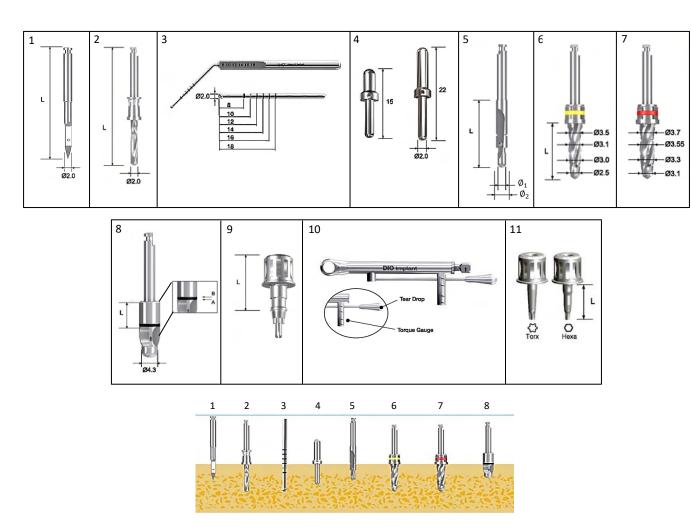
$$\frac{1,37\;\mu mol/L\times 1,9\times 10^{-5}\;g}{1\;\mu mol}=2,603\times 10^{-5}\;g/L=0,02603\;ppm$$

# A2. Etapas do protocolo cirúrgico para colocação de implantes regulares em densidades minerais ósseas (BMDs) de D1 a D3

	Dimensões (mm)			Velocidade de
Instrumento cirúrgico	Diâmetro ( $\emptyset_d$ )	Comprimento ( <i>L</i> )	Descrição	rotação (rpm) e torque de aperto (Ncm)
Bisturi			Incisão do tecido gengival, para preparar o leito implantar.	
Broca de partida (ou guia, GH 20**)	2	25 (GH 2025) ou 29 (GH 2029)	Perfuração do osso cortical, para fixar o sítio da osteotomia e facilitar o manuseio da broca seguinte.	800-1500 rpm, dependendo da BMD
Broca inicial (DHI 2014)	2	34	Perfuração do osso esponjoso, para desenvolver o local da osteotomia. Tendo em conta o comprimento do implante a inserir, deve-se selecionar um limitador de profundidade apropriado.	800-1500 rpm, dependendo da BMD
Medidor de profundidade (DPP 2050)	2		Inserção do segmento curvado do medidor no sítio perfurado, para verificar se a profundidade realizada corresponde ao comprimento do implante. Possui marcas para 8, 10, 12, 14, 16 e 18 mm de profundidade.	
Pino paralelo (PP 20**)	2 na parte de menor diâmetro	15 (PP 2015) ou 22 (PP 2022)	Inserção do segmento de menor diâmetro do pino (com 8 ou 10 mm de comprimento) no furo, para verificar se a localização e o declive da perfuração, bem como a relação oclusal com o antagonista, estão corretos.	
Broca piloto (PH 3512)	2 e 2,7 para os diâmetros menor $(\emptyset_1)$ e maior $(\emptyset_2)$ , respetivament e	12	Dilatação do furo na zona cortical, para ajustar a localização e direção da perfuração formada e evitar a mudança de direção da broca seguinte.	800-1500 rpm, dependendo da BMD
Broca cónica (DTI 35**)	3,5	8 (DTI 3508), 10 (DTI 3510), 12 (DTI 3512) ou 14 (DTI 3514)	Dilatação intermédia nas zonas cortical e trabecular. Tendo em conta o comprimento do implante, deve-se selecionar uma broca de comprimento e um limitador de profundidade equivalentes (ST 3500I). O limitador deste tipo de brocas possui uma linha amarela, assinalando que está indicado principalmente para implantes estreitos.	800 rpm
Broca cónica (DTI 40**)	4	8 (DTI 4008), 10 (DTI 4010), 12 (DTI 4012) ou 14 (DTI 4014)	Dilatação final nas zonas cortical e trabecular. Tendo em conta o comprimento do implante, deve-se selecionar uma broca de comprimento e um limitador de profundidade	800 rpm

			equivalentes (ST 4000I). O limitador deste grupo de brocas possui uma linha	
			vermelha, referindo que está apontado	
			para implantes regulares.	
Broca de perfil (PFD 45**)	4,5	5 (PFD 4505), 10 (PFD 4510) ou 15 (PFD 4515)	Alargamento do furo na zona cortical, utilizado apenas nas densidades ósseas D1 a D3. A profundidade da perfuração varia conforme a BMD, de modo a adquirir-se a melhor estabilidade inicial possível. Num tipo de osso D1/D2 e D2/D3, deve-se perfurar até à linha superior (B) e inferior (A) da marca existente na broca de perfil, respetivamente.	800-1500 rpm, dependendo da BMD
Dispositivo de fixação (HGW 48**) + Chave de catraca (DRW 070) + Torquímetro (DTW 0050) + Implante	4,8 para o HGW 48**	13 (HGW 4813), 21 (HGW 4821) ou 27 (HGW 4827)	Introdução do implante na estrutura óssea. O dispositivo de fixação é inserido na chave de catraca que, por sua vez, está embutida no torquímetro. Este último instrumento permite medir o torque de aperto da peça, quando rodado no sentido horário (possui graduações para torques de 15, 35 e 50 Ncm).	15-20 rpm e máximo de 50 Ncm
Dispositivo Hexa (HD 12**) ou Torx® (HD 17**) + Chave de catraca + Torquímetro + Pilar de cicatrização	1,2 para o HD 12** ou 1,7 para o HD 17**	5 (HD 1205), 10 (HD 1210) ou 15 (HD 1215) para o Hexa 1,2. 10 (HD 1710) ou 15 (HD 1715) para o Torx® 1,7.	Colocação do pilar de cicatrização (Hexa ou Torx®) no implante dentário.	10 Ncm
Agulha			Sutura do tecido gengival com nylon ou seda.	

Depois de um período de cicatrização, a gengiva é novamente aberta com um bisturi e o pilar de cicatrização é removido. Em seguida, o pilar definitivo e o respetivo parafuso (Hexa ou Torx®) são aplicados com um torque de 30 a 35 Ncm, utilizando um dispositivo Hexa ou Torx® e um torquímetro (ou a mão).



Instrumentos do protocolo cirúrgico para a colocação de implantes regulares em BMDs de D1 a D3: 1 – broca de partida GH20\*\*; 2 – broca inicial DHI 2014; 3 – medidor de profundidade DPP 2050; 4 – pinos paralelos PP 20\*\*; 5 – broca piloto PH 3512; 6 – broca cónica DTI 35\*\*; 7 – broca cónica DTI 40\*\*; 8 – broca de perfil PFD 45\*\*; 9 – dispositivo de fixação HGW 48\*\*; 10 – chave de catraca DRW 070 + torquímetro DTW 0050; e 11 – dispositivo Torx® (HD 17\*\*) ou Hexa (HD 12\*\*) [18].

## A3. Determinação da $F_{max}$ , $F_{min}$ e A tendo em conta que $F_{mean}=-75\,N$ e $R_{min/max}=0,1$

Segundo o manual da máquina *Instron*, as forças compressivas são consideradas negativas [128], por isso as forças média, máxima e mínima foram acompanhadas pelo sinal negativo.

$$F_{mean} = \frac{F_{max} + F_{min}}{2} \langle = \rangle - 75 = \frac{F_{max} + F_{min}}{2} \langle = \rangle$$

$$\langle = \rangle - 150 = F_{max} + F_{min} \langle = \rangle - 150 = \frac{F_{min}}{0,1} + F_{min} \langle = \rangle - 150 = \frac{F_{min} + 0.1F_{min}}{0,1} \langle = \rangle$$

$$\langle = \rangle - 15 = 1.1F_{min} \langle = \rangle F_{min} = -13.64 N$$

$$R_{min/max} = 0.1 \langle = \rangle \frac{F_{min}}{F_{max}} = 0.1 \langle = \rangle F_{max} = \frac{F_{min}}{0.1} \langle = \rangle F_{max} = \frac{-13.64}{0.1} \langle = \rangle F_{max} = -136.40 N$$

$$A = F_{mean} - F_{min} = -75 - (-13,64) = -61,36 N$$

A4. Determinação da  $F_N$ , tendo em conta que  $E_1=115\times 10^9\, Pa$ ,  $E_2=110,3\times 10^9\, Pa$ ,  $v_1=0,33$ ,  $v_2=0,37$ ,  $R=0,0015\, m$  e  $p_{mean}=158\times 10^6\, Pa$ 

$$E_c = \frac{E_1 E_2}{E_2 (1 - \nu_1^2) + E_1 (1 - \nu_2^2)} = \frac{115 \times 10^9 \times 110,3 \times 10^9}{110,3 \times 10^9 (1 - 0,33^2) + 115 \times 10^9 (1 - 0,37^2)} = 6.421074 \times 10^{10} Pa$$

$$a = \left(\frac{3RF_N}{4E_C}\right)^{\frac{1}{3}} = \left(\frac{3 \times 0,0015F_N}{4 \times 6,421074 \times 10^{10}}\right)^{\frac{1}{3}} m^2$$

$$p_{mean} = \frac{2}{3} p_{max} \langle = \rangle p_{mean} = \frac{2}{3} \cdot \frac{3}{2} \frac{F_N}{\pi \alpha^2} \langle = \rangle 158 \times 10^6 = \frac{F_N}{\pi \left( \frac{3 \times 0.0015 F_N}{4 \times 6.421074 \times 10^{10}} \right)^{\frac{2}{3}}} \langle = \rangle$$

$$\langle = \rangle \, 158 \times 10^6 = \frac{F_N}{\pi (1,752 \times 10^{-14} F_N)^{\frac{2}{3}}} \, \langle = \rangle \, 158 \times 10^6 = \frac{F_N}{\pi \times 6,7457 \times 10^{-10} F_N^{\frac{2}{3}}} \, \langle = \rangle$$

$$\langle = \rangle 0,3348 = \frac{F_N}{F_N^{\frac{2}{3}}} \langle = \rangle 0,3348 = F_N^{1-\frac{2}{3}} \langle = \rangle F_N^{\frac{1}{3}} = 0,3348 \langle = \rangle F_N = 0,3348^3 \langle = \rangle$$

$$\langle = \rangle F_N = 0.037528 N \langle = \rangle F_N \approx 37.53 mN$$

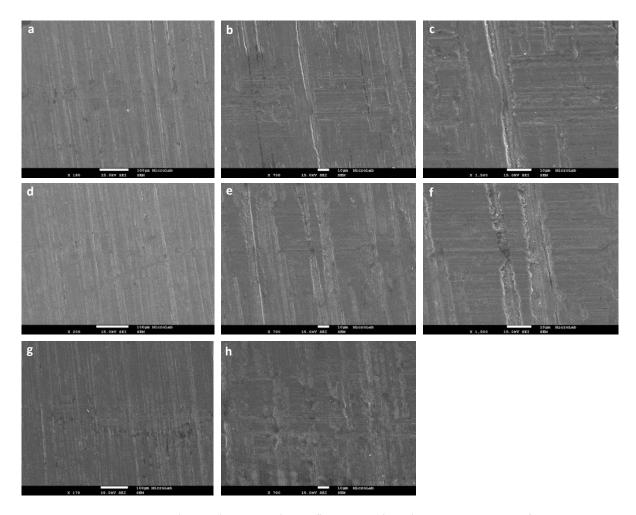
# A5. Coeficientes de atrito obtidos nos três testes de cada amostra, sem e com ensaios de fadiga, e respetiva média

Amostras		Coeficiente de atrito (μ)			Média dos três μ
		Teste 1	Teste 2	Teste 3	obtidos
a	Implante X	0,146	0,249	0,502	0,299
Sem ensaio de fadiga	Pilar X	0,187	0,196	0,173	0,185
ensaid fadiga	Implante Y	0,238	0,189	0,212	0,213
en fad	Pilar Y	0,114	0,225	0,119	0,153
em	Implante Z	0,258	0,176	0,097	0,177
S	Pilar Z	0,169	0,205	0,402	0,259
е	Implante A	0,091	0,181	0,125	0,132
ро	Pilar A	0,254	0,191	0,199	0,215
isai iga	Implante C	0,128	0,136	0,134	0,133
Com ensaio de fadiga	Pilar C	0,168	0,158	0,394	0,240
or	Implante G	0,289	0,222	0,194	0,235
0	Pilar G	0,108	0,098	0,493	0,233

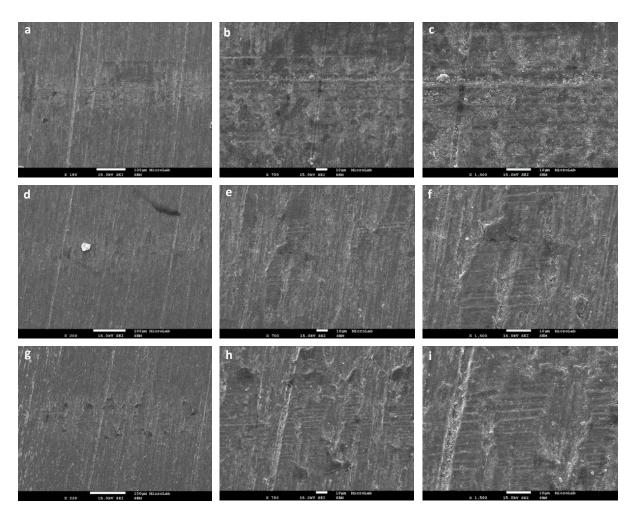
# A6. Cálculo do valor médio e desvio-padrão da massa de uma esfera não testada no nanotribómetro

Número da medição	Massa da esfera (g)	Média e desvio- padrão da massa da esfera (g)
1ª	0,0611	
2ª	0,0630	
3 <u>a</u>	0,0630	
<b>4</b> ª	0,0631	
5 <u>ª</u>	0,0629	0.06304±0.00070
6ª	0,0634	0,06294±0,00070
7 <u>ª</u>	0,0632	
8 <u>a</u>	0,0629	
9 <u>a</u>	0,0629	
10ª	0,0639	

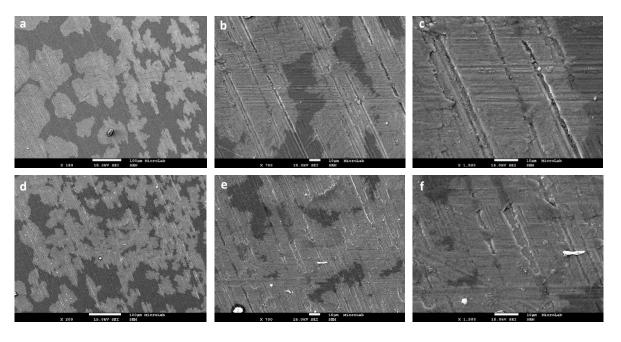
A7. Imagens de MEV das três pistas de desgaste efetuadas em cada tipo de implante e pilar sujeito aos ensaios de fadiga (amostras A, C e G), durante os ensaios nanotribológicos com saliva artificial



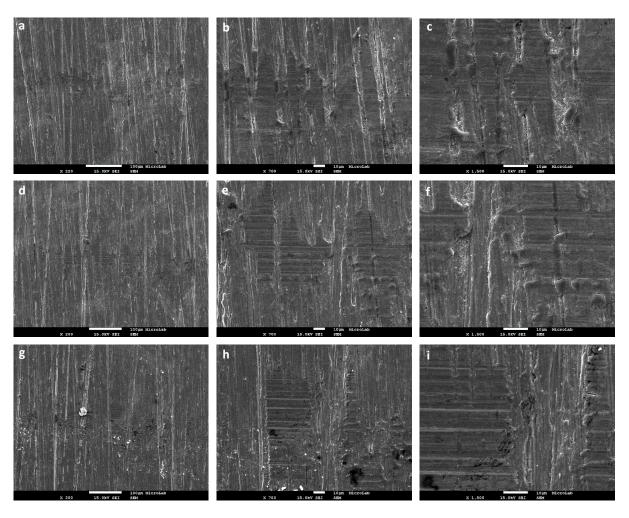
Imagens de MEV da primeira (**a**, **b** e **c**), segunda (**d**, **e** e **f**) e terceira (**g** e **h**) pistas de desgaste efetuadas no pilar A (HE com RBM).



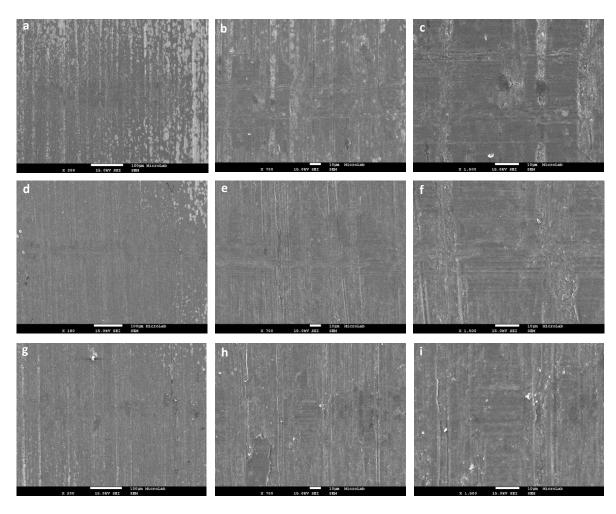
Imagens de MEV da primeira (a, b e c), segunda (d, e e f) e terceira (g, h e i) pistas de desgaste efetuadas no implante A (HE com RBM).



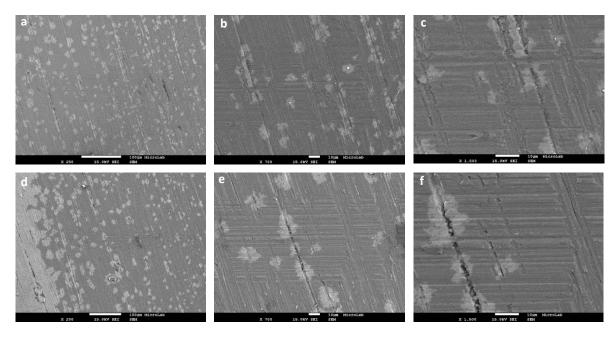
Imagens de MEV da primeira (**a**, **b** e **c**) e terceira (**d**, **e** e **f**) pistas de desgaste efetuadas no pilar C (CM com RBM).



Imagens de MEV da primeira (a, b e c), segunda (d, e e f) e terceira (g, h e i) pistas de desgaste efetuadas no implante C (CM com RBM).

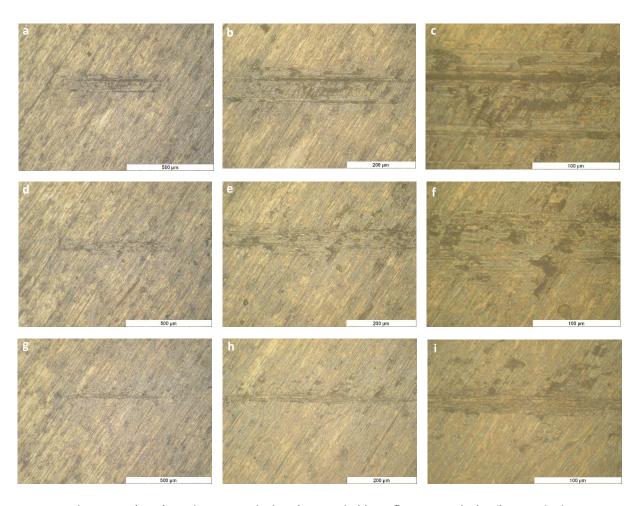


Imagens de MEV da primeira (**a**, **b** e **c**), segunda (**d**, **e** e **f**) e terceira (**g**, **h** e **i**) pistas de desgaste efetuadas no pilar G (CM com HSA).



Imagens de MEV da segunda (**a**, **b** e **c**) e terceira (**d**, **e** e **f**) pistas de desgaste efetuadas no implante G (CM com HSA).

A8. Imagens de microscopia ótica das três pistas de desgaste efetuadas em cada tipo de implante e pilar sem e com ensaios de fadiga (amostras X, Y, Z, A, C e G), durante os ensaios nanotribológicos com saliva artificial



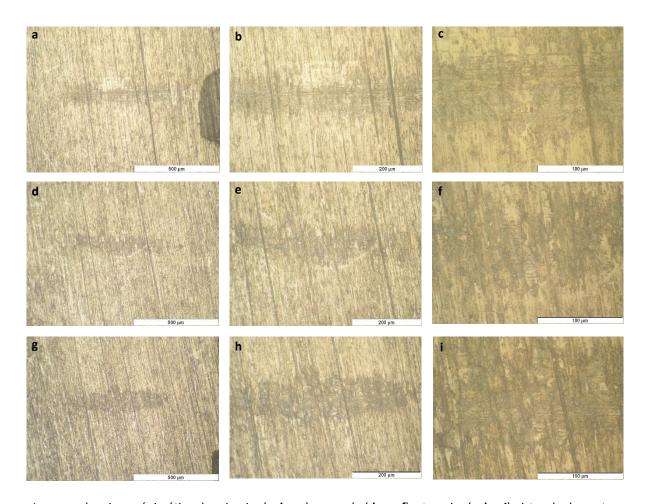
Imagens de microscópio ótico da primeira (a, b e c), segunda (d, e e f) e terceira (g, h e i) pistas de desgaste efetuadas no pilar X (HE com RBM).



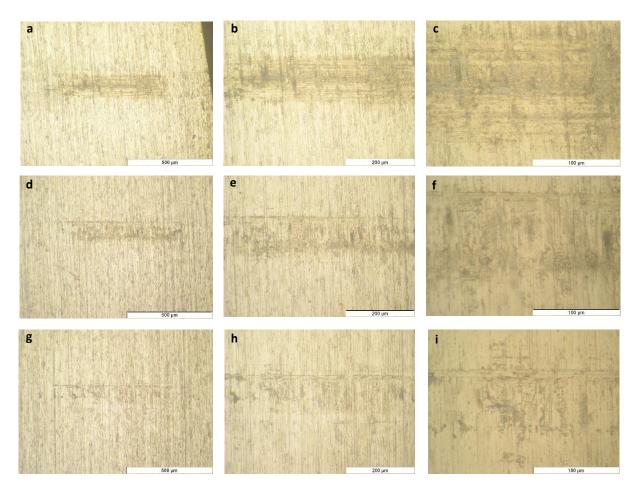
Imagens de microscópio ótico da primeira (a, b e c), segunda (d, e e f) e terceira (g, h e i) pistas de desgaste efetuadas no pilar A (HE com RBM).



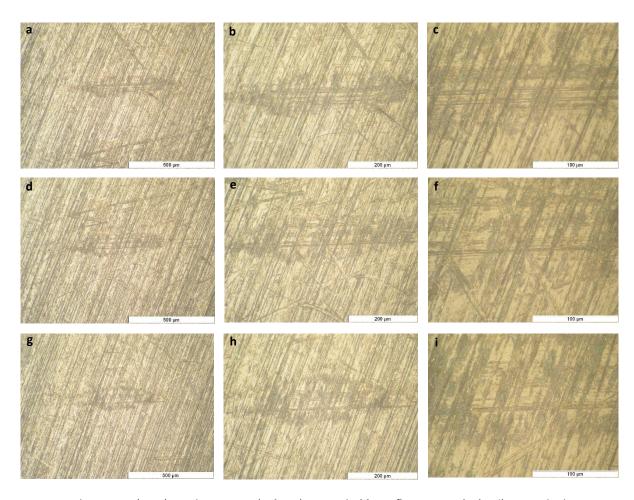
Imagens de microscópio ótico da primeira (**a**, **b** e **c**), segunda (**d**, **e** e **f**) e terceira (**g**, **h** e **i**) pistas de desgaste efetuadas no implante X (HE com RBM).



Imagens de microscópio ótico da primeira (**a**, **b** e **c**), segunda (**d**, **e** e **f**) e terceira (**g**, **h** e **i**) pistas de desgaste efetuadas no implante A (HE com RBM).



Imagens de microscópio ótico da primeira (a, b e c), segunda (d, e e f) e terceira (g, h e i) pistas de desgaste efetuadas no pilar Y (CM com RBM).



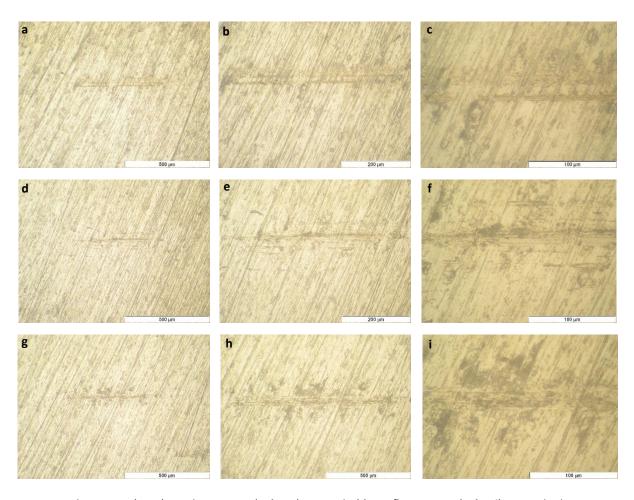
Imagens de microscópio ótico da primeira (a, b e c), segunda (d, e e f) e terceira (g, h e i) pistas de desgaste efetuadas no pilar C (CM com RBM).



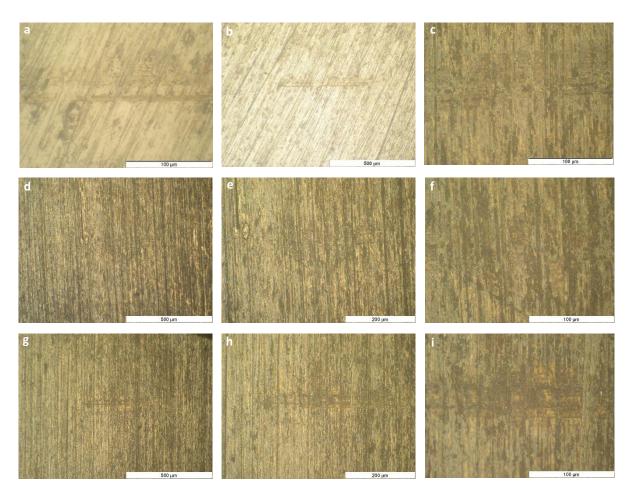
Imagens de microscópio ótico da primeira (a, b e c), segunda (d, e e f) e terceira (g, h e i) pistas de desgaste efetuadas no implante Y (CM com RBM).



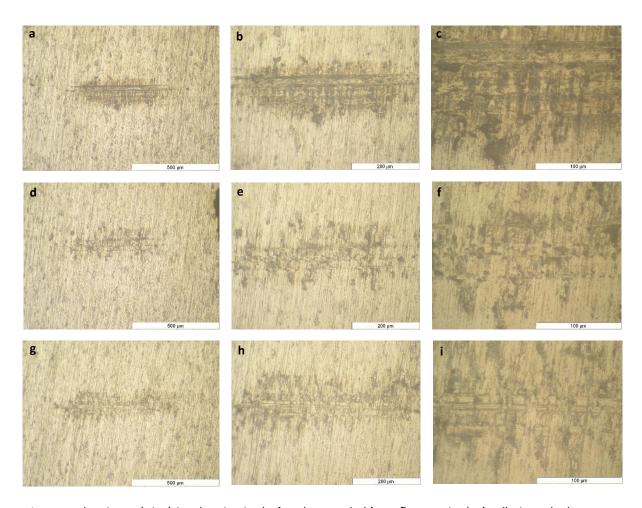
Imagens de microscópio ótico da primeira (a, b e c), segunda (d, e e f) e terceira (g, h e i) pistas de desgaste efetuadas no implante C (CM com RBM).



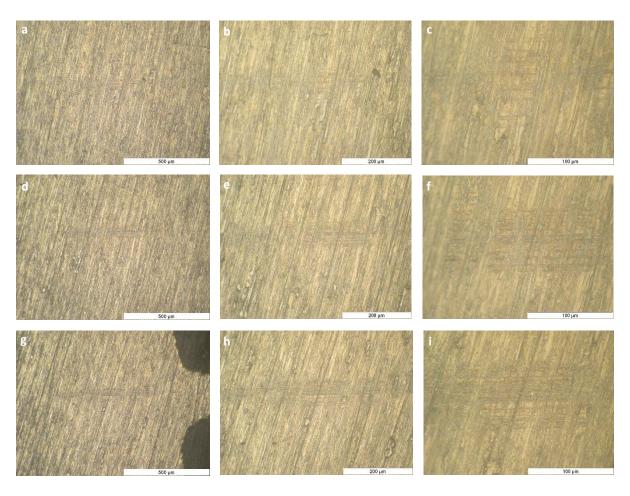
Imagens de microscópio ótico da primeira (a, b e c), segunda (d, e e f) e terceira (g, h e i) pistas de desgaste efetuadas no pilar Z (CM com HSA).



Imagens de microscópio ótico da primeira ( $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  e  $\mathbf{c}$ ), segunda ( $\mathbf{d}$ ,  $\mathbf{e}$  e  $\mathbf{f}$ ) e terceira ( $\mathbf{g}$ ,  $\mathbf{h}$  e  $\mathbf{i}$ ) pistas de desgaste efetuadas no pilar G (CM com HSA).



Imagens de microscópio ótico da primeira (**a**, **b** e **c**), segunda (**d**, **e** e **f**) e terceira (**g**, **h** e **i**) pistas de desgaste efetuadas no implante Z (CM com HSA).



Imagens de microscópio ótico da primeira (a, b e c), segunda (d, e e f) e terceira (g, h e i) pistas de desgaste efetuadas no implante G (CM com HSA).