

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

**EFEITO DE PELÍCULA DE CARBONO TIPO
DIAMANTE NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E
DE SUPERFÍCIE DA RESINA ACRÍLICA
TERMOPOLIMERIZÁVEL**

Pâmela Lopes Pedro da Silva

SAPIENTIA AEDIFICAT

2016

PÂMELA LOPES PEDRO DA SILVA

**EFEITO DE PELÍCULA DE CARBONO TIPO DIAMANTE NAS
PROPRIEDADES MECÂNICAS E DE SUPERFÍCIE DA RESINA
ACRÍLICA TERMOPOLIMERIZÁVEL**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, da Universidade Federal da Paraíba, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração em Ciências Odontológicas.

Orientador: Prof. Dr. André Ulisses Dantas Batista

Co-orientador: Prof. Dr. José Renato Cavalcanti de Queiroz

João Pessoa

2016

S586e Silva, Pâmela Lopes Pedro da.
Efeito de película de carbono tipo diamante nas propriedades mecânicas e de superfície da resina acrílica termopolimerizável / Pâmela Lopes Pedro da Silva.- João Pessoa, 2016.
54f. : il.
Orientador: André Ulisses Dantas Batista
Coorientador: José Renato Cavalcanti de Queiroz
Dissertação (Mestrado) - UFPB/CCS
1. Odontologia. 2. Prótese dentária. 3. Carbono. 4. Resina acrílica. 5. Polimetilmetacrilato.

UFPB/BC

CDU: 616.314(043)

PÂMELA LOPES PEDRO DA SILVA

EFEITO DE PELÍCULA DE CARBONO TIPO DIAMANTE NAS
PROPRIEDADES MECÂNICAS E DE SUPERFÍCIE DA RESINA
ACRÍLICA TERMOPOLIMERIZÁVEL

Banca Examinadora



Prof. Dr. André Ulisses Dantas Batista
Orientador



Prof. Dr. Lúcio Roberto Cançado Castelano
Examinador UFPB



Profa. Dra. Sarina Maciel Braga Pereira
Examinador Externo

Á DEUS, por sua infinita bondade.

AGRADECIMENTOS

À Deus, por ter iluminado toda a minha caminhada até aqui. A ti toda honra e glória.

Aos meus muito amados pais, Nelson e Maria José, que sempre foram e são essenciais na minha formação e crescimento moral e intelectual. Muito obrigado pelo carinho, atenção e cuidado.

Ao meu querido esposo George. Agradeço por me apoiar em todas as circunstâncias, por me ouvir e aconselhar, és meu alicerce científico e emocional. Te amo.

Aos meus irmãos Wagner e Helder, minha avó, tias, tios, primas, primos e amigos. Meu muito obrigado pela torcida e oração.

Ao meu estimado orientador, professor e amigo, André. Obrigado pelo direcionamento que permitiu a conclusão deste trabalho e acima de tudo meu crescimento profissional.

Ao também orientador, professor José Renato, obrigado por compartilhar comigo do seu conhecimento.

Ao professor Argemiro e sua equipe do Departamento de Física do Instituto de Aeronáutica, agradeço a ajuda dispensada no preparo da superfície das amostras.

Ao professor Frederico Sousa, pelo apoio estatístico. E aos professores Hugo Carlo, Paulo Bonan, Ricardo Castro e demais integrantes da coordenação e colegiado deste curso.

À Ligia e todo o corpo de técnicos do CertBio, além de Bruno e Breno do Centro de Tecnologia, agradeço toda a atenção.

À estimada Rebeca, pelo auxílio técnico e espiritual.

Aos colegas da turma e do Labio por todo o companheirismo, em especial à minha dupla Jully.

Aos professores da banca examinadora, agradeço as críticas que muito ajudaram a engrandecer este trabalho.

À empresa VIPI, pelo fornecimento dos materiais essenciais à esta pesquisa.

*“Só sei que nada sei,
e o fato de saber isso, me coloca em vantagem sobre aqueles que acham que sabem alguma coisa”.*
(Sócrates)

RESUMO

Introdução: A resina acrílica é utilizada na Odontologia para confecção de próteses dentárias, aparelhos ortodônticos e placas mio-relaxantes; porém, apresenta algumas limitações, como baixa resistência e alta rugosidade de superfície. O carbono tipo diamante (DLC) é uma forma metaestável de carbono amorfo que pode melhorar a resistência de vários materiais quando aplicado como uma película. **Objetivo:** Avaliar o efeito da aplicação de película de DLC nas propriedades mecânicas e de superfície da resina acrílica ativada termicamente por energia de micro-ondas (RAAT) (Vipi Wave). **Materiais e métodos:** Corpos-de-prova (resistência à flexão: 64 mm comprimento x 10 mm largura x 3 mm altura; resistência ao desgaste: 4 mm diâmetro x 20 mm altura; rugosidade: 10 mm diâmetro x 4 mm altura) foram obtidos a partir da inclusão de réplicas em muflas de fibra de vidro e polimerizadas segundo o fabricante. A deposição dos filmes ocorreu por PECVD (Deposição Química a Vapor Assistida por Plasma), com espessura de 250 nm. Os mesmos foram divididos nos grupos Gc (controle) e Gt (tratado) e passaram por ensaio de resistência à flexão (n=18) em máquina de ensaios mecânicos Instron (velocidade: 5 mm/min); resistência ao desgaste (n=18) em máquina de ensaio biaxial Instron (carga: 200 N, amplitude: 15° e frequência: 1,6 Hz) e análise da topografia e rugosidade superficiais (Ra) por meio de perfilometria ótica (n=18), com 5 medidas em objetiva de 20 X. Os valores médios foram submetidos aos testes estatísticos de Mann-Whitney e teste t para verificar as diferenças entre os grupos (p<0,05). **Resultados:** Gt apresentou maior rugosidade (0,108 ± 0,01 µm) do que Gc (0,038 ± 0,01 µm), com p<0,0001. Não foi encontrada diferença estatisticamente significativa (p=0,606) entre Gt (103,3 MPa; IQ 97,67 ± 110,32) e Gc (105,3 MPa; IQ 98,95 ± 109,06) em relação à resistência à flexão. Não foi encontrada diferença estatisticamente significativa entre os grupos quanto à retilineidade (Gt: 0,006 ± 0,0059 mm e Gc: 0,005 ± 0,0052 mm, p=0,774) e profundidade das edentações (Gt: 29,974 ± 8,69 µm e Gc: 28,169 ± 5,71 µm, p=0,610) após o desgaste. **Conclusão:** A aplicação da película de DLC na superfície da RAAT influenciou a rugosidade superficial não tendo efeito na resistência à flexão e ao desgaste.

Palavras-chave: Carbono. Polimetilmetacrilato. Prótese Dentária.

ABSTRACT

Introduction: The acrylic resin is used in dentistry for making dentures, orthodontic appliances and myo-relaxants splints; however, it has some limitations, such as low strength and high surface roughness. The diamond-like carbon (DLC) is a metastable form of amorphous carbon that can improve the resistance of various materials when applied as a film. **Objective:** To evaluate the effect of the DLC film application on the mechanical properties and surface of the acrylic resin thermally activated by power microwave (RAAT) (Vipi Wave). **Materials and methods:** Bodies of the test piece (flexural strength: 64 mm long x 10 mm wide x 3 mm; wear resistance: 4 mm diameter x 20 mm height, roughness: 10 mm diameter x 4 mm height) were obtained from the inclusion of replicas fiberglass flasks and polymerized according to the manufacturer. The deposition of films occurred by PECVD (Deposition Chemical Steam Assisted Plasma) with a thickness of 250 nm. They were divided into groups Gc (control) and Gt (treated) and underwent flexural strength test (n=18) in mechanical testing machine Instron (speed: 5 mm/min); wear resistance (n=18) biaxial Instron testing machine (load: 200 N, amplitude: 15 and frequency: 1,6 Hz) and analysis of the topography and surface roughness (Ra) by optical profilometry (n=18), with 5 objective measures of 20 X. the mean values were subjected to statistical tests of Mann-Whitney and t test to check the differences between the groups ($p < 0.05$). **Results:** Gt showed higher roughness ($0,108 \pm 0,01 \mu\text{m}$) than Gc ($0,038 \pm 0,01 \mu\text{m}$), $p < 0,0001$. There was no statistically significant difference ($p = 0,606$) between Gt (103,3 MPa, IQ $97,67 \pm 110,32$) and Gc (105,3 MPa, IQ $98,95 \pm 109,06$) for resistance to flexion. There was no statistically significant difference between the groups in terms of straightness (Gt: $0,006 \pm 0,0059 \text{ mm}$ and Gc: $0,005 \pm 0,0052 \text{ mm}$, $p = 0,774$) and the depth of the indentations (Gt: $29,974 \pm 8,69 \mu\text{m}$ and Gc : $28,169 \pm 5,71 \mu\text{m}$, $p = 0,610$) after wear. **Conclusion:** The application of the DLC film on the surface of RAAT influenced the surface roughness having no effect on the flexural strength and wear.

Keywords: Carbon. Polymethylmethacrylate. Dental prosthesis.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Matriz metálica vazada para confecção de corpos de prova submetidos ao ensaio de resistência à flexão.	16
Figura 2: Matriz metálica fixada em placa de vidro com auxílio de silicone laboratorial pronta para receber a cera derretida.	17
Figura 3: Componentes da mufla de fibra de vidro para polimerização em microndas. A) Base; B) Contra-mufla; C) Parafusos.	17
Figura 4: Base da mufla preenchida com gesso sobre o qual foi acomodada uma placa de vidro. A) Padrões de cera fixados com cola sobre a placa de vidro; B) Conjunto placa de vidro + padrões de cera recobertos por silicona laboratorial.	18
Figura 5: Mufla aberta após inclusão das réplicas. A) Espaços (impressão negativa) criados pelas réplicas em cera no interior da mufla; B) Preenchimento dos espaços com resina acrílica.	19
Figura 6: Processo de confecção dos corpos de prova submetidos ao ensaio de resistência ao desgaste – A) Matrizes metálicas padrão; B) Molde em silicona por adição dos padrões; C) Réplicas em resina acrílica vermelha autopolimerizável obtidas.	21
Figura 7: Réplicas dos corpos de prova em cera fixados na base da mufla e o espaço criado por elas durante processo de confecção.	21
Figura 8: Processo de moldagem de matriz metálica para confecção de réplicas em cera. A) Matriz metálica posicionada dentro da moldeira confeccionada com o cano de PVC; B) molde em silicona de adição.	22
Figura 9: A) Réplicas dos corpos de prova em cera fixados na base da mufla; B) Cópia em negativo na contra-mufla.	23
Figura 10: Corpos de prova em RAAT para análise rugosimétrica. A) Sem aplicação da película de DLC (Grupo controle - Gc); B) Com aplicação da película de DLC em sua superfície (Grupo tratado - Gt).	24
Figura 11: Corpos de prova em RAAT para ensaio de resistência à flexão. A) Sem tratamento da superfície (Gc); B) Superfície tratada com película de DLC (Gt).	24
Figura 12: Corpo de prova em RAAT para ensaio de resistência ao desgaste. A) Sem aplicação da película de DLC (Gc); B) Com aplicação de película de DLC em sua superfície (Gt). A película foi aplicada apenas em umas das extremidades.	25
Figura 13: Corpo de prova apoiado em dispositivo para ser submetido ao teste de resistência à flexão em três pontos	26
Figura 14: Corpo de prova fixado na máquina universal de ensaio biaxial para realização do desgaste.	27
Figura 15: Corpo de prova fixado sobre uma placa de vidro com auxílio de cera utilidade para análise no perfilometro óptico	28
Figura 16: Esquema ilustrativo do padrão em cruz utilizado para seleção das áreas de mensuração da rugosidade. Partindo-se do centro (quadrado	29

central) deslocou-se a lente do perfilômetro em 2 mm para cada uma das coordenadas (Norte, Sul, Leste e Oeste), resultando em 5 valores de rugosidade (Ra) por corpo-de-prova, a partir do qual foi feita uma média	
Figura 17: Valores da resistência à flexão em MPa (mediana \pm IQ) para os grupos Gc e Gt	31
Figura 18: Valores de retilineidade (média \pm DP) em mm para os grupos Gc e Gt após desgaste.	32
Figura 19: Valores da profundidade das edentações em μ m (média \pm DP) para os grupos Gc e Gt após desgaste	32
Figura 20: Aspecto visual a olho nu das edentações formadas na superfície dos corpos de prova submetidos ao desgaste: A) Gt - com deposição de película de DLC na superfície; B) Gc - sem deposição	33
Figura 21: Aspecto visual das edentações formadas na superfície dos corpos de prova submetidos ao desgaste: A) Gt - com deposição de película de DLC na superfície; B) Gc - sem deposição.	34
Figura 22: Aspecto visual por meio de perfilometria 3D de edentação formada na superfície dos corpos de prova. A) Gc (controle); B) Gt (grupo tratado).	34
Figura 23: Imagem de perfilometria (objetiva de 20 X) mostrando aspecto da superfície da RAAT sem deposição de película de DLC (Gc).	35
Figura 24: Imagem de perfilometria (objetiva de 20 X) mostrando aspecto da superfície da RAAT com deposição de película de DLC (Gt).	35

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CertBio	Laboratório de Certificação de Biomateriais
cm	Centímetros
DFV	Deposição física por vapor
DQV	Deposição química por vapor
DOR	Departamento de Odontologia Restauradora
DLC	Diamond-like carbono (Carbono tipo diamante)
DP	Desvio-padrão
EUA	Estados Unidos da América
g	Gramas
Hz	Hertz
IQ	Distância interquartil
ISO	International Organization for Standardization
ITA	Instituto de Tecnologia Aeronáutica
LABIO	Laboratório Integrado de Biomateriais
MPa	Mega pascal
ml	Mililitro
mm	Milímetro
nm	Nanômetro
mtorr	Militorr
nº	Número
Ni-Ti	Liga de níquel-titânio
O ²	Oxigênio
PPMA	Poli(metilmetacrilato)
PECVD	Deposição Química a Vapor Assistida por Plasma
Ra	Rugosidade média
rpm	Rotações por minuto
Si	Silício
sccm	Centímetros cúbicos por minuto
TiC	Carboneto de titânio
TiN	Nitreto de titânio
Torr	Torricelli
UFMG	Universidade Federal de Campina Grande
UFPB	Universidade Federal da Paraíba
W	Watt
µm	Micrômetro

SUMÁRIO

1 Introdução	1
2 Revisão da literatura	3
2.1 Resina acrílica termopolimerizável	3
2.2 Carbono tipo diamante	4
2.3 Uso do carbono tipo diamante na Odontologia	6
3 Proposição	9
3.1 Proposição geral	9
3.2 Proposições específicas	9
4 Materiais e métodos	10
4.1 Materiais	10
4.2 Métodos	15
4.2.1 Grupos amostrais	15
4.2.2 Confeção dos corpos de prova	16
4.2.2.1 Resistência à flexão	16
4.2.2.2 Resistência ao desgaste	20
4.2.2.3 Análise Rugosimétrica	22
4.2.3 Deposição da película de carbono tipo diamante	23
4.2.4 Realização dos ensaios	25
4.2.4.1 Ensaio de resistência à flexão	25
4.2.4.2 Ensaio de resistência ao desgaste	27
4.2.4.3 Análise rugosimétrica	29
4.2.5 Análise estatística	30
5 Resultados	31
5.1 Resistência à flexão	31
5.2 Resistência ao desgaste	31
5.3 Rugosimetria	33
5.4 Topografia superficial	33
6 Discussão	36
7 Conclusão	41
Referências	42
Apêndice	47

1 INTRODUÇÃO

O poli(metil-metacrilato) (PPMA), mais comumente conhecido como resina acrílica, trata-se de um polímero hidrofílico bioinerte ¹ e apresenta como principais vantagens baixo custo, transparência e fácil manuseio.^{2,3} Desde o seu surgimento, há mais de sessenta anos, continua sendo amplamente empregado na Odontologia, sobretudo na área de Prótese e Reabilitação Oral.⁴ Propriedades mecânicas, ópticas e elétricas desejáveis, além de biocompatibilidade, possibilitam seu uso na confecção de placas mio-relaxantes, aparelhos ortodônticos e de próteses, sejam elas totais, parciais, provisórias ou sobreimplante.³⁻⁹

Contudo, esses dispositivos não apresentam vida longa, principalmente devido sua fragilidade química, baixa dureza e baixa resistência ao desgaste, levando à sua alta degradação com conseqüente liberação de produtos irritantes (monômeros residuais) aos tecidos bucais.^{2,3,6,7} Diferentes técnicas de processamento para a resina acrílica, como as técnicas de injeção ou polimerização por energia de microondas surgiram ao longo desses anos com o objetivo de melhorar suas propriedades e aplicabilidade.⁴

A maioria dos materiais convencionais apresenta uma boa funcionalidade, mas as características de sua superfície limitam seu uso como um biomaterial.^{1,7,10} No caso da resina acrílica temos sua alta porosidade e rugosidade superficial como fatores que predispõem a retenção de microrganismos.^{11,12,13,14} Assim, um revestimento que seja capaz de reduzir a suscetibilidade da resina acrílica ao desgaste e que também seja biocompatível é importante para estender a vida das próteses dentárias e placas mio-relaxantes.^{2,5,11}

Dentre os possíveis tratamentos de superfície, o carbono tipo diamante (“*diamond-like carbon*” ou DLC) apresenta várias propriedades desejáveis, tais como elevada dureza, baixo coeficiente de atrito, inércia química, alta resistência elétrica, transparência e biocompatibilidade, portanto, sua aplicação na forma de um filme na superfície da resina acrílica poderia reduzir as limitações deste material.^{5,6,10,12}

O carbono pode formar uma grande variedade de estruturas cristalinas, pois é capaz de existir em três hibridações diferentes: sp^3 , sp^2 e sp^1 . Quando na configuração sp^2 corresponde ao grafite, enquanto que na configuração sp^3 corresponde ao diamante, nesse caso o átomo de carbono apresenta quatro elétrons de valência e ligações fortes com os átomos adjacentes. O carbono tipo diamante (DLC) trata-se de uma forma metaestável de carbono amorfo (não cristalino) com uma quantidade significativa de ligações do tipo sp^3 .^{12,15}

A empregabilidade do DLC nas mais diversas áreas tem sido estudada desde a década de 1970. Sua capacidade de adesão a uma grande gama de materiais, como metais, plásticos, polímeros e até mesmo células e proteínas, tem sido atraente para a engenharia biomédica, visando a confecção de próteses, implantes e instrumentais médicos mais resistentes e biocompatíveis.^{1,7,10,15}

A película de DLC pode ser depositada por diversas técnicas, porém todas envolvem algum tipo de bombardeamento iônico, o qual pode ser realizado através da deposição física ou química por vapor.¹⁰ Em sua estrutura podem ser ainda adicionados alguns elementos químicos a fim de modificar suas características de acordo com o seu uso. A adição de íons prata ou flúor, pode, por exemplo, agregar propriedades antimicrobianas ao material, diminuindo a formação e a adesão do biofilme bacteriano.^{7,11}

Poucos estudos tem utilizado o filme de DLC em Odontologia, sobretudo na área de Prótese Dentária¹¹, assim, faz-se necessárias pesquisas para avaliar a resistência da resina acrílica termopolimerizável, bem como modificações em sua estrutura, superfície e propriedades, a partir da aplicação desta película. Diante de tais achados, espera-se contribuir para melhorias nas propriedades dos diversos dispositivos empregados na clínica odontológica que fazem uso deste tipo de resina, como placas mio-relaxantes, aparelhos ortodônticos e próteses totais, parciais, provisórias e sobreimplante.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Resina acrílica termopolimerizável

Desde o seu surgimento, há mais de sessenta anos, a resina acrílica, ou poli(metilmetacrilato) (PMMA), continua sendo o material mais utilizado na confecção de bases de próteses totais em Odontologia. Tem sido o material de escolha por apresentar propriedades físicas e mecânicas adequadas e características de trabalho favoráveis, tais como facilidade de processamento, baixo custo, peso leve e capacidade de correspondência de cor.^{4,16,17} Vários tipos de resina acrílica e técnicas de processamento surgiram ao longo desses anos visando melhorar suas propriedades e otimizar a confecção destes dispositivos, sendo ainda utilizada na indústria biomédica por suas propriedades mecânicas, ópticas e elétricas.^{4,5}

O PMMA puro é um sólido incolor e transparente, o qual pode ser pigmentado de acordo com seu uso. Ele é fornecido num sistema pó-líquido, onde o líquido contém resina de metilmetacrilato não polimerizado e pequena quantidade de hidroquinona, enquanto que o pó contém resina de poli(metilmetacrilato) pré polimerizado em forma de pérolas e uma pequena quantidade de peróxido de benzoíla. A hidroquinona atua como inibidor, prevenindo a polimerização indesejável; já o peróxido de benzoíla é responsável por iniciar o processo de polimerização.¹⁶

A energia térmica necessária para a polimerização do PMMA pode ser proveniente tanto de banho em água (técnica convencional) como de forno de microndas. A polimerização da resina pela energia de microndas vem sendo utilizada em detrimento da técnica convencional, tendo como vantagens redução do tempo de polimerização e limpeza durante o processamento e ainda sim mantendo suas propriedades e características.^{4,16}

Dispositivos confeccionados em resina acrílica frequentemente fraturam em serviço devido suas pobres características de resistência, como fragilidade química, baixa dureza e baixa resistência ao desgaste; além da liberação de

produtos irritantes.^{2,3,4}Muitas tentativas têm sido feitas para melhorar suas propriedades mecânicas, seja com modificações químicas ou não, através da adição de metais, fibras e partículas cerâmicas. Mas esses métodos podem apresentar empecilhos diversos, como não adesão da resina ao material escolhido como reforço, corrosão, exigência de equipamento específico e mão de obra especializada e custo alto, além de fatores relacionados a sua biocompatibilidade.^{6,7,17}

2.2 Carbono tipo diamante

A classificação como biomaterial depende de um conjunto de requisitos de biocompatibilidade e biofuncionalidade. A biocompatibilidade é a capacidade do material desencadear uma resposta apropriada do organismo, sendo controlada principalmente pelas características da superfície do material; enquanto que a biofuncionalidade está associada às propriedades mecânicas que este deve apresentar para cumprir sua função corretamente pelo tempo desejado, tendo relação direta com sua estrutura. Como um material raramente detém estas duas propriedades, o uso de recobrimentos visa unir a biocompatibilidade de alguns materiais com as propriedades mecânicas de outros.^{1,18}

Tem sido promissora a aplicação de filmes de DLC na área biomédica, já que reúne diversas características desejáveis, como biocompatibilidade, alta resistência ao desgaste e à corrosão, baixo coeficiente de atrito, elevada dureza, inércia química e boa transparência ao espectro visível e ao infravermelho.^{5,10,12,15,19-22} Por outro lado, apresentam altos valores de tensões internas que contribuem para uma baixa adesão e acabam por limitar a espessura dos filmes e por consequência, restringir seu uso em algumas aplicações tecnológicas.²³Estudos vêm sendo conduzidos para tentar resolver ou diminuir estes problemas e, ao mesmo tempo, aprimorar suas propriedades, seja pela incorporação de átomos em sua estrutura^{5,21,22} ou na modificação dos parâmetros envolvidos na sua deposição.^{10,12,17,20,24} Diante da demanda de uso como filme

protetor, é importante a realização de testes mecânicos e tribológicos envolvendo o DLC.^{10,15}

Em seu estado fundamental, o carbono apresenta a configuração eletrônica $1s^2 2s^2 2p^2$. Com quatro elétrons em sua camada de valência, uma de suas características mais importantes é a tetravalência, ou seja, cada um de seus átomos pode unir-se a outros através de ligações do tipo covalente, sofrendo hibridização. Esse fenômeno trata-se da excitação de elétrons $2s$ para os orbitais $2p$ vazios, resultando nos orbitais híbridos sp^3 , sp^2 ou sp^1 , correspondendo, respectivamente, às ligações triplas, duplas ou simples. De acordo com tipo de hibridação sofrida, o carbono se diferencia em suas formas alotrópicas. No diamante, todos os átomos sofrem hibridações sp^3 , já no grafite todos os átomos sofrem hibridações sp^2 , enquanto que o DLC apresenta a particularidade de exibir propriedades intermediárias entre as apresentadas pelo diamante e pelo grafite. Assim, o DLC é considerado um material amorfo metaestável, já que trata-se de um carbono amorfo com uma quantidade significativa de ligações do tipo sp^3 .

^{10,12,15,18,19,23,25}

Os filmes de DLC podem ser produzidos por diversas técnicas distintas, as quais são subdivididas em duas grandes classes, a deposição física por vapor (DFV) e a deposição química por vapor (DQV); ambas exigem a presença de uma fonte de carbono e de uma fonte de energia para incidir sobre este. As técnicas por DFV englobam apenas aquelas puramente físicas, ou seja, sem o envolvimento de reação química tanto na superfície do substrato como nos gases envolvidos no processo. As técnicas DQV baseiam-se numa reação química entre gases a fim de produzir um sólido que irá se depositar sobre a superfície de um substrato.^{12,15,18,20,21,23} Alguns parâmetros podem ser modificados a fim de se obter filmes com características específicas desejáveis, tais como pressão, temperatura e tempo de deposição.^{15,20}

2.3. Uso do carbono tipo diamante na Odontologia

A aplicação dos filmes de DLC engloba os mais diversos espaços tecnológicos, indo desde o campo industrial até a biomedicina, podendo ser utilizado em películas protetoras contra desgaste e corrosão, recobrimento anti-atrito e anti-reflexivo, na fabricação de discos magnéticos e componentes microeletrônicos e como película biocompatível para implantes e materiais médicos.^{7,10,12,19,20} Pesquisas tem sido realizadas a fim de transpor o uso do DLC para a área odontológica, e avanços tem sido alcançados principalmente na Implantodontia, Endodontia e Ortodontia; contudo estudos ainda são escassos em relação à Prótese Dentária, sobretudo envolvendo a aplicabilidade da resina acrílica.¹¹

Venâncio (2005)¹⁸ buscou melhorias no desempenho de limas endodônticas a partir de testes realizados em fios metálicos com aplicação de película de DLC. As amostras recobertas apresentaram bons resultados quanto à dureza e à resistência ao riscamento. O filme mostrou adesão e elasticidade suficientes para suportar o encurvamento necessário durante a instrumentação dos canais radiculares. Vionet (2005)²³ encontrou resultados semelhantes em limas de aço inox e Ni-Ti, mas ressalta a importância de se preparar o substrato para receber a película; uma superfície bem polida otimiza a aderência do DLC e minimiza possíveis defeitos.

Teixeira (2005)²⁵, Kim et al (2005)²⁷, Schwonbach et al (2009)²⁶ e Corazza et al (2014)⁸ empregaram a película na superfície de parafusos de retenção de pilares de implantes buscando uma alternativa contra seu afrouxamento, uma das principais causas de falhas quando se pensa em próteses implanto suportadas. Neste aspecto, para um bom funcionamento do conjunto, deve haver o máximo contato entre pilar, coroa e implante e um torque adequado deve ser alcançado. Enquanto isso, Oskomur, Erbil e Akova (2013)²⁸ encontraram uma menor corrosão metálica ao aplicarem uma película de DLC em implantes de titânio e de liga níquel-cromo.

Guimarães (2008)¹⁹ conseguiu inibir a liberação de íons em braquetes ortodônticos metálicos a partir da deposição de uma camada de filme de DLC, mas deixa claro que o teste de escovação levou à remoção do filme, provavelmente devido sua baixa espessura (aproximadamente 53 µm), impedindo uma proteção efetiva. Moreira (2008)²⁹ depositou a película em fios ortodônticos com o mesmo objetivo e encontrou melhora em seu comportamento mecânico. Zhang et al (2016)⁹ também depositaram a película em fios ortodônticos; o revestimento exibiu boa biocompatibilidade e elasticidade, melhorando significativamente a dureza da superfície dos fios e reduzindo o atrito e a corrosão. Já Mugurama et al (2013)³⁰; Akaike et al (2015)³¹ e Kang et al (2015)³² avaliaram o comportamento tanto de fios quanto de braquetes ortodônticos de aço inoxidável em relação ao desgaste e atrito entre eles e obtiveram resultados promissores, uma vez que esses fatores influenciam na movimentação dentária.

Envolvendo o uso clínico da resina acrílica odontológica foi encontrado na literatura apenas os trabalhos de Ohtake et al (2012)³ e Queiroz et al (2013)¹¹. Ohtake et al (2012)³ aplicaram película de DLC na superfície de dentes de estoque em resina acrílica e avaliaram sua resistência à abrasão por escovação. Realizaram também teste de toxicidade no pó de PMMA com e sem o recobrimento através do cultivo de células gengivais humanas; e teste de biocompatibilidade por meio da implantação subcutânea de placas de PMMA com recobrimento em uma das faces. Concluíram que o DLC apresenta boa resistência à abrasão por escovação e alta biocompatibilidade, além de desempenhar um papel importante na prevenção da morte celular, recomendando-o como um excelente material de revestimento para dentes artificiais.

Já Queiroz et al (2013)¹¹ compararam a ação antimicrobiana da película de DLC comum e dopada com nanopartículas de prata quando aplicadas na superfície da resina acrílica e realizaram também uma análise da rugosidade superficial de ambas por meio de perfilometria óptica. Concluíram tratar-se de uma alternativa contra a instalação da Candidose em usuários de prótese, não havendo distinção no valor de rugosidade entre os dois tipos de película.

Apesar de já se conhecer a ação antimicrobiana e a biocompatibilidade do DLC, mais estudos são necessários para assegurar sua viabilidade em relação ao seu comportamento mecânico quando empregado na resina acrílica.

3 PROPOSIÇÃO

3.1 Proposição geral

Analisar o efeito da aplicação de película de carbono tipo diamante nas propriedades mecânicas e de superfície da resina acrílica ativada termicamente por energia de micro-ondas.

3.2 Proposições específicas

- Comparar a resistência à flexão de três pontos da resina acrílica termopolimerizável com e sem aplicação de película de carbono tipo diamante;
- Comparar a resistência ao desgaste da resina acrílica termopolimerizável com e sem aplicação de película de carbono tipo diamante;
- Comparar a rugosidade (Ra) e a topografia superficial da resina acrílica termopolimerizável com e sem aplicação de película de carbono tipo diamante

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

Os principais materiais utilizados no estudo e suas respectivas marcas comerciais, origem e número de lote estão descritos no **Quadro 1**. Já no **Quadro 2** podem ser observados os equipamentos utilizados no estudo assim como marcas comerciais, origem e laboratórios nos quais estão localizados.

Quadro 1: Descrição dos principais materiais utilizados no estudo. Marca comercial, origem e lote.

Imagem	Material	Marca comercial e origem	Lote
	Adesivo instantâneo universal	Super Bonder gel, Loctite (Brasil)	-
	Cera nº 9	Destac Dent, (São Paulo, Brasil)	01/13
	Gesso comum	Chaves mineração (Ceará, Brasil)	-

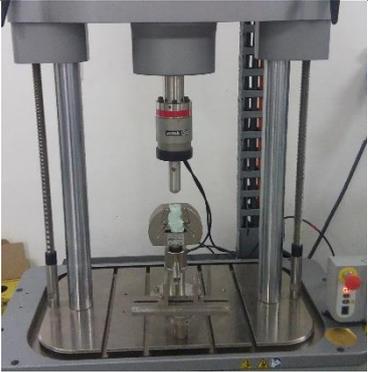
	<p>Isolante para gesso</p>	<p>Cel Lac, S.S White (Rio de Janeiro, Brasil)</p>	<p>0120512</p>
	<p>Mufla para polimerização por micro-ondas</p>	<p>Vipi-STG, Vipi (São Paulo, Brasil)</p>	<p>62769 51323</p>
	<p>Resina acrílica termopolimerizável incolor (pó e líquido)</p>	<p>Vipi Wave, Vipi (São Paulo, Brasil)</p>	<p>53009 50781</p>
	<p>Resina acrílica autopolimerizável vermelha (pó e líquido)</p>	<p>Dencrilay, Dencril (São Paulo, Brasil)</p>	<p>-</p>
	<p>Silicone extra duro especial para laboratório (massa e ativador)</p>	<p>Labor Mass, Vipi (São Paulo, Brasil)</p>	<p>49910 187186</p>

	<p>Silicona de polimerização por adição (massa densa e leve)</p>	<p>Elite, Zhermack (Itália)</p>	<p>-</p>
	<p>Vaselina sólida industrial</p>	<p>Carflex (São Paulo, Brasil)</p>	<p>0971</p>

Quadro 2: Equipamentos utilizados no estudo. Marca comercial, origem e laboratório nos quais estão localizados.

Imagem	Equipamento	Marca comercial e origem	Localização
	<p>Aparelho emissor de micro-ondas</p>	<p>Panasonic, Perfect 800 W (Osaka, Japão)</p>	<p>LABIO/ UFPB</p>
	<p>Balança analítica de precisão</p>	<p>AX 200, Shimadzu (Kyoto, Japão)</p>	<p>LABIO/ UFPB</p>

	<p>Equipamento de medição por coordenadas</p>	<p>Crysta-Apex S 574, Mitutoyo Corporation (Kawasaki, Japão)</p>	<p>CertBio/CG</p>
	<p>Lavadora ultrassônica</p>	<p>BioWash STD, Bio Art (São Paulo, Brasil)</p>	<p>LABIO/ UFPB</p>
	<p>Lixadeira politriz universal</p>	<p>Arapol E, Arotec (São Paulo, Brasil)</p>	<p>LABIO/ UFPB</p>
	<p>Máquina de ensaios mecânicos universais</p>	<p>Instron 3365, Instron Corporation (Nordwood, MA, EUA)</p>	<p>LABIO/ UFPB</p>
	<p>Perfilômetro óptico sem contato</p>	<p>CCI MP, Taylor Hobson (Leicester, Inglaterra)</p>	<p>LABIO/ UFPB</p>

	<p>Máquina universal de ensaio biaxial</p>	<p>Instron E10.000, Instron Corporation (Nordwood, MA, EUA)</p>	<p>CertBio/ CG</p>
	<p>Motor elétrico</p>	<p>LB-100, Beltec (Araraquara, Brasil)</p>	<p>LABIO/ UFPB</p>
	<p>Paquímetro digital</p>	<p>Stainless Hardened 150mm</p>	<p>LABIO/ UFPB</p>
	<p>Prensa hidráulica</p>	<p>PM 2000, Nova Techno (São Paulo, Brasil)</p>	<p>LABIO/ UFPB</p>
	<p>Vibrador para gesso</p>	<p>Essence dental (Araraquara, Brasil)</p>	<p>Clínica de Oclusão/ UFPB</p>

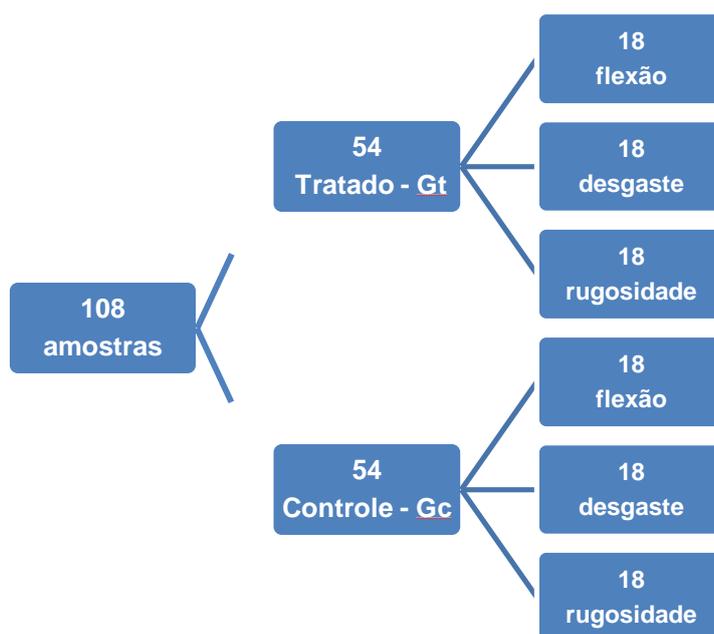
4.2 MÉTODOS

4.2.1 Grupos Amostrais

Para a realização do cálculo amostral foram utilizados os seguintes parâmetros: magnitude de efeito g de Hedge de 1,1; erro tipo I de 5% bicaudal; poder estatístico de 80% e perda amostral de 25%, os quais foram aplicados à equação de cálculo amostral para diferença de médias descrita por Cohen (1988)³³ e assim obteve-se por grupo, um tamanho amostral de 18.

Um total de 108 corpos-de-prova em resina acrílica ativada termicamente por energia de micro-ondas (RAAT) foram confeccionados e divididos em dois grupos, um controle ($n=54$) e um experimental ($n=54$). O Grupo Controle (Gc) reuniu as amostras sem nenhum tipo de tratamento em sua superfície, enquanto que as amostras do Grupo Tratado (Gt) sofreram deposição de filme de DLC em sua superfície. Ambos os grupos passaram pelos testes de resistência à flexão ($n=18$) e desgaste ($n=18$), além de análise da topografia e rugosidade (R_a) de sua superfície ($n=18$) (**Quadro 3**).

Quadro 3: Descrição dos grupos amostrais.



4.2.2 Confeção dos corpos-de-prova

4.2.2.1 - Resistência à flexão

Para o teste de resistência à flexão, os corpos-de-prova em RAAT foram confeccionados conforme metodologia adaptada de Barbosa et al (2003)⁴ e seguindo as recomendações da *International Organization for Standardization – ISO/20795-1:2013*³⁴. Foi empregada uma matriz metálica vazada de aço inoxidável com as dimensões internas de 64 mm de comprimento, 10 mm de largura e 3,3 mm de espessura, a qual pode ser observada na **Figura 1**.



Figura 1: Matriz metálica para confecção de corpos de prova submetidos ao teste de resistência à flexão.

A partir da matriz metálica foram obtidas réplicas em cera nº 9 (Destac Dent, São Paulo, Brasil). A cera foi acomodada numa colher e derretida com auxílio de lamparina, sendo então vertida na matriz previamente vaselinada (Vaselina sólida industrial Carflex, São Paulo, Brasil) e fixada numa placa de vidro por meio de silicona laboratorial (Labor Mass, Vipi, São Paulo, Brasil), como ilustrado na **Figura 2**. Após resfriamento, as réplicas foram removidas da matriz e incluídas em muflas de fibra de vidro (Vipi-STG, Vipi, São Paulo, Brasil), cujos componentes estão demonstrados na **Figura 3**.

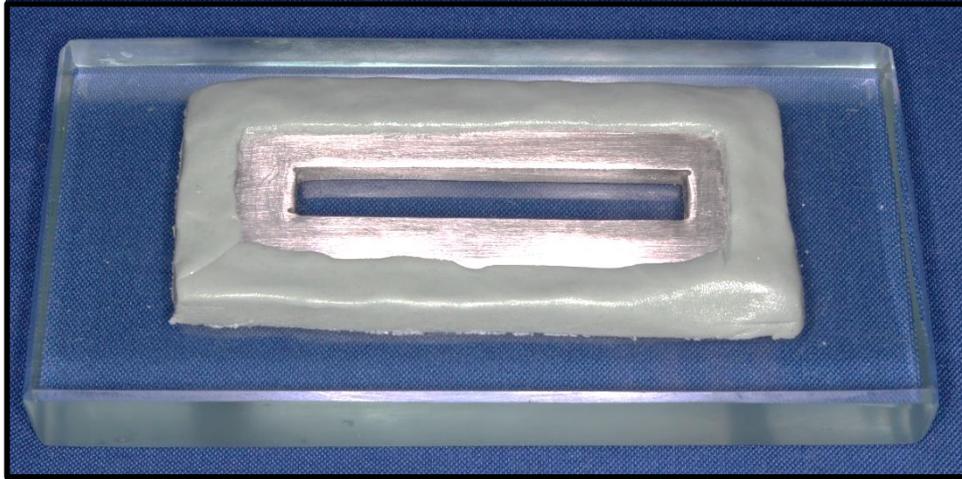


Figura 2: Matriz metálica fixada em placa de vidro com auxílio de silicone laboratorial pronta para receber a cera derretida para confecção das réplicas.



Figura 3: Componentes da mufla de fibra de vidro para polimerização em microndas. A) Base; B) Contra-mufla; C) Parafusos.

Para o preenchimento da base da mufla foram empregados 150g de gesso comum para 75ml de água, espatulado manualmente e vazado na base vaselinada sob vibração de um vibrador odontológico (Essence dental, Araraquara, Brasil). Após o preenchimento, foi acomodada uma placa de vidro com 3 mm de espessura sobre o gesso de forma que ficasse paralela à borda da base da mufla e aguardou-se o tempo de presa (30 minutos).

Sobre esta placa de vidro foram fixados três padrões de cera com auxílio de adesivo instantâneo universal (Super Bonder gel, Loctite, Brasil) e sobre estes foi acomodada silicona laboratorial (**Figura 4**), pressionando bem para evitar espaços vazios. Após a presa (5 minutos), o gesso foi isolado (Cel Lac, S.S

White, Rio de Janeiro, Brasil) e acoplou-se a contra-mufla vaselinada. A mufla devidamente fechada e parafusada foi preenchida sob vibração com gesso na proporção de 250g de pó para 125ml de água e aguardou-se sua presa (uma hora).

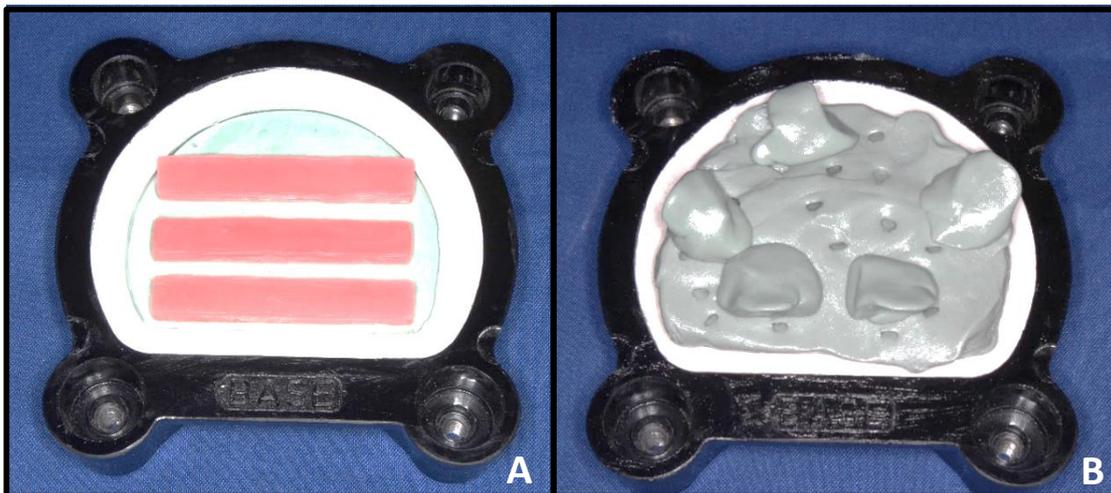


Figura 4: Base da mufla preenchida com gesso sobre o qual foi acomodada uma placa de vidro. A) Padrões de cera fixados com cola sobre a placa de vidro; B) Conjunto placa de vidro + padrões de cera recobertos por silicona laboratorial.

Passado esse tempo, a mufla foi aberta e após a remoção dos padrões de cera, foi lavada com água morna. A placa de vidro foi secada e os restos de cera foram removidos com algodão embebido em álcool. Mufla e contra-mufla foram novamente vaselinadas e o gesso isolado.

A resina acrílica ativada termicamente por energia de micro-ondas (Vipi Wave, Vipi, São Paulo, Brasil) foi proporcionada de acordo com as instruções do fabricante (6,5 ml do líquido/14g do pó) e manipulada em pote de vidro com tampa utilizando-se espátula nº 36. O pó da resina foi pesado em balança analítica com precisão de 0,0001g (AX 200, Shimadzu, Kyoto, Japão), enquanto que o monômero (líquido) foi proporcionado por meio de pipeta graduada (1/100mL) acoplada a um pipetador.

Quando na fase plástica, a resina foi acomodada nos espaços criados pelas réplicas de cera, sobre os quais foi colocado um filme plástico que

acompanha o produto, conforme observado na **Figura 5**. A mufla foi fechada e levada para prensa hidráulica (PM 2000, Nova Techno, São Paulo, Brasil) a 0,5 tonelada durante 5 minutos. Após esse período, a mufla foi retirada da prensa e aberta, removeu-se o filme plástico protetor e os excessos de resina acrílica foram extraídos com lâmina de bisturi. A mufla foi fechada e prensada gradativamente até a carga de uma tonelada, a qual foi mantida por 20 minutos. Após esse período apertou-se os parafusos da mufla e esta foi levada ao forno de microondas (Perfect 800 W, Panasonic, Japão) juntamente com um recipiente de vidro contendo 120 ml de água. Foi realizado o ciclo de polimerização recomendado pelo fabricante, com 20 minutos iniciais na potência 2, seguidos de 5 minutos na potência 6.

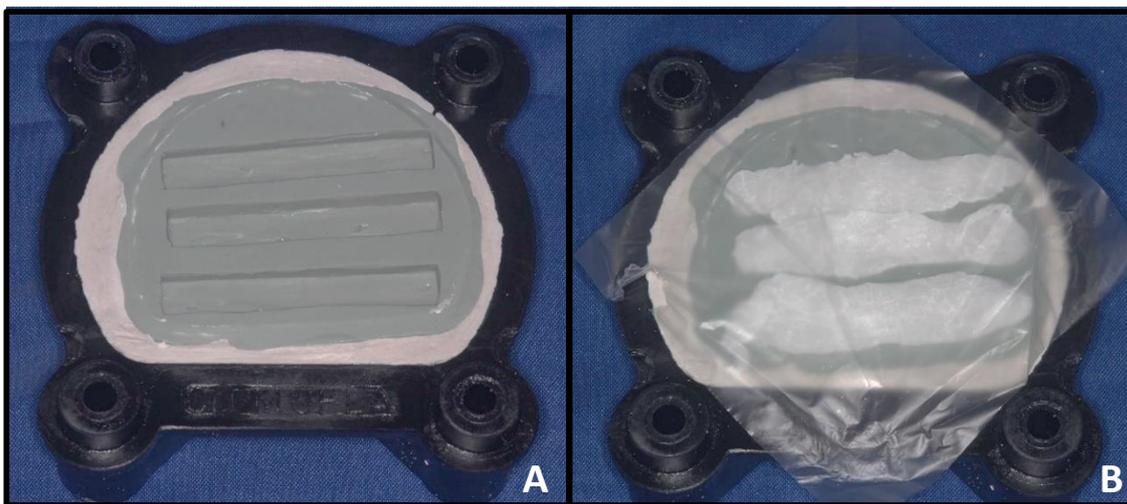


Figura 5: Mufla aberta após inclusão das réplicas. A) Espaços (impressão negativa) criados pelas réplicas em cera no interior da mufla; B) Preenchimento dos espaços com resina acrílica.

Após o ciclo de polimerização, a mufla foi retirada do micro-ondas e colocada numa bancada a fim de passar por um resfriamento inicial à temperatura ambiente durante 30 minutos, em seguida foi levada para uma pia onde passou por banho em água corrente durante mais 15 minutos.

As amostras foram então demufladas e os excessos de resina removidos com broca montada em motor elétrico (LB-100, Beltec, Araraquara, Brasil).

Depois passaram por um processo de acabamento utilizando-se lixas d`água de granulação decrescente (150, 240, 400, 600 e 1200) e polimento com disco de feltro embebido em pasta de alumínio, todos montados em lixadeira a 100 rpm sob refrigeração (Arapol E, Arotec, São Paulo, Brasil). A espessura e a largura de cada amostra foram verificadas em três pontos (extremidades e porção central) com o auxílio de um paquímetro digital, aceitando-se variações de 1 mm, para mais ou para menos.

Todos os corpos-de-prova passaram por banho ultrassônico (BioWash STD, Bio Art, São Paulo, Brasil) com água destilada durante 15 minutos para remover detritos do polimento, foram secos delicadamente com papel absorvente, armazenados em frascos individuais e divididos entre os grupos Gc (controle) e Gt (teste).

4.2.2.3 – Resistência ao desgaste

Para a realização do ensaio de resistência ao desgaste foram confeccionados corpos de prova em RAAT a partir de matrizes cilíndricas de aço inoxidável nas dimensões de 4 mm de diâmetro e 20 mm de altura.³⁵ As mesmas foram moldadas com silicona de adição (Elite, Zhermack, Itália) pela técnica simultânea empregando-se um pedaço de cano de PVC de 50 mm como moldeira. No interior do espaço criado pelos bastões na silicona, foi vertida resina acrílica vermelha autopolimerizável fluida (Dencrilay, Dencril, São Paulo), a fim de confeccionar as réplicas, as quais passaram pelo mesmo processo descrito para a confecção dos corpos de prova para o ensaio de resistência à flexão (**Figuras 6 e 7**).



Figura 6: Processo de confecção dos corpos de prova submetidos ao ensaio de resistência ao desgaste – A) Matrizes metálicas padrão; B) Molde em silicone por adição dos padrões; C) Réplicas em resina acrílica vermelha autopolimerizável obtidas.

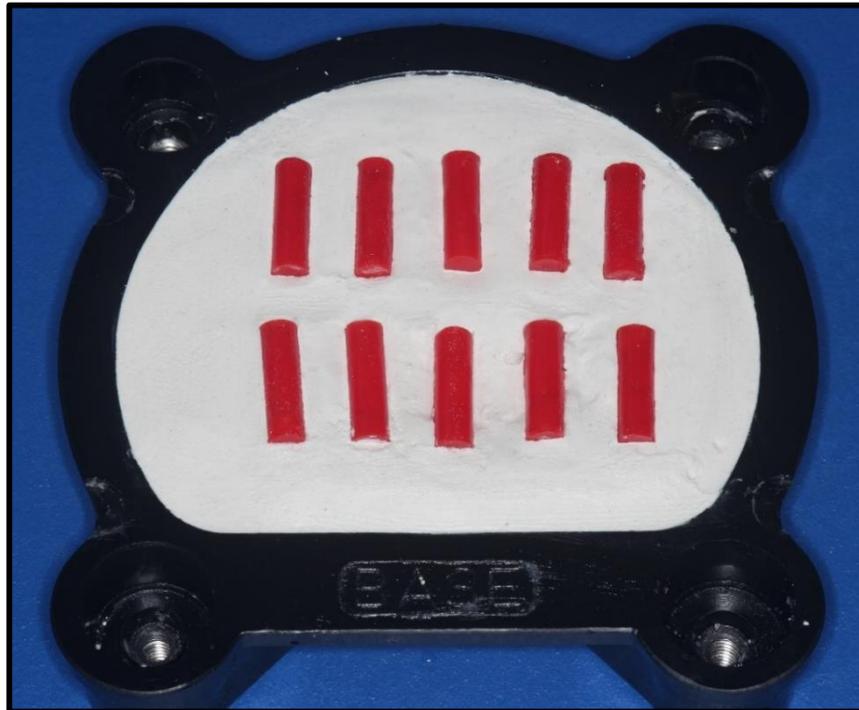


Figura 7: Réplicas em resina acrílica vermelha fixadas na base de mufla preenchida com gesso

4.2.2.4 – Análise Rugosimétrica

Para a realização da análise rugosimétrica foram confeccionados corpos de prova em RAAT a partir de uma matriz metálica cilíndrica em aço inoxidável nas dimensões de 10 mm de diâmetro e 4 mm de altura. A matriz foi moldada com silicona de adição (Elite, Zhermack, Itália) pela técnica simultânea empregando-se um pedaço de cano de PVC de 30 mm de diâmetro como moldeira (**Figura 8**). No interior do espaço criado pelo disco na silicona, foi vertida cera nº 9 derretida a fim de confeccionar as réplicas (**Figura 9**), as quais passaram pelo mesmo processo descrito para a confecção dos corpos-de-prova em resina acrílica para o ensaio de resistência à flexão.

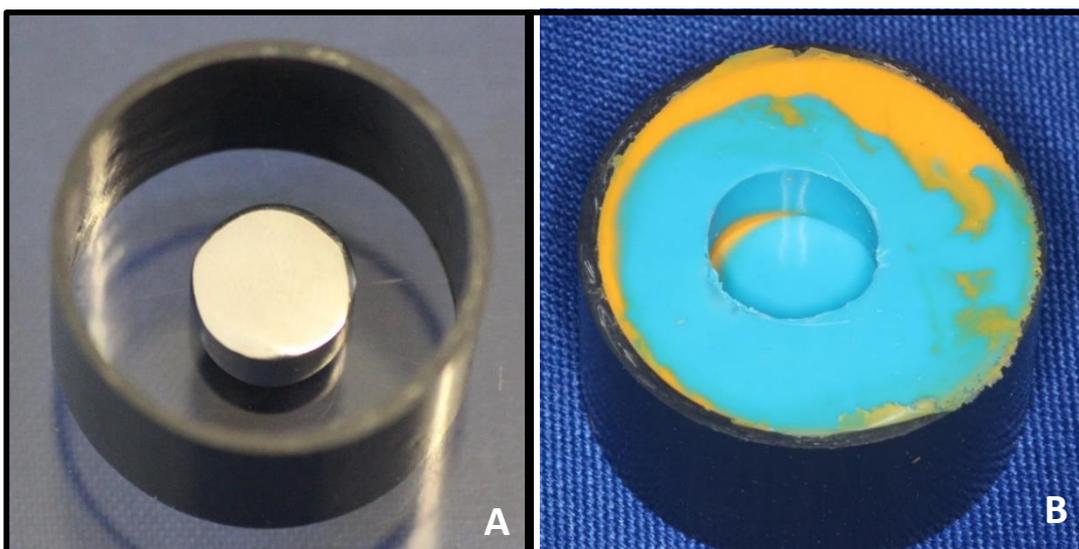


Figura 8: Processo de moldagem de matriz metálica para confecção de réplicas em cera. A) Matriz metálica posicionada dentro da moldeira confeccionada com o cano de PVC; B) molde em silicona de adição.

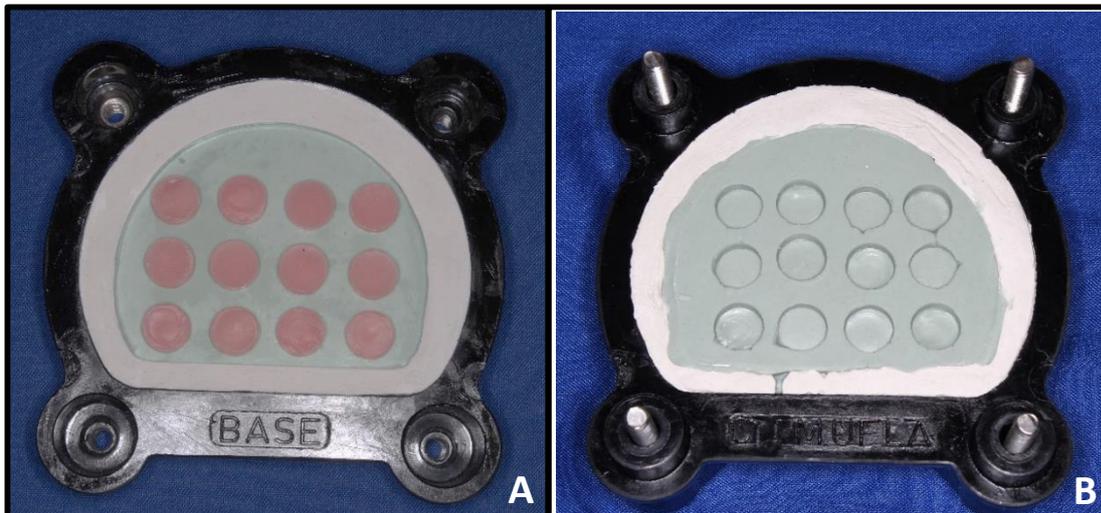


Figura 9: A) Réplicas dos corpos de prova em cera fixados na base da mufla; B) Cópia em negativo na contra-mufla.

4.2.3. Deposição da película de carbono tipo diamante

Os corpos-de-prova confeccionados foram aleatoriamente divididos entre dois grupos, um controle (sem tratamento) e um experimental (deposição da película de carbono tipo diamante) e podem ser observados nas **Figuras 10 a 12**. A película de carbono tipo diamante foi depositada na superfície das amostras do grupo teste (Gt) pela técnica da Deposição Química a Vapor Assistida por Plasma (PECVD) durante 60 minutos. Numa câmara à vacuo com pressão mínima de $5,0 \times 10^{-5}$ Torr, uma descarga elétrica dos gases hidrogênio (50 sccm) e metano (10 sccm) foi usada para arranhar um alvo de carbono de alta pureza e produzir os filmes com espessura de 250 nm . A pressão de trabalho e a intensidade da descarga elétrica foram mantidos nos valores constantes de 0,2mmTorr e 100W, respectivamente e uma descarga inicial de hidrogênio foi utilizada para eliminar a contaminação superficial no alvo. Os filmes foram produzidos no Departamento de Física do Instituto de Tecnologia Aeronáutica (ITA), em São José dos Campos e seguiu a metodologia aplicada por Queiroz et al (2013)¹¹.

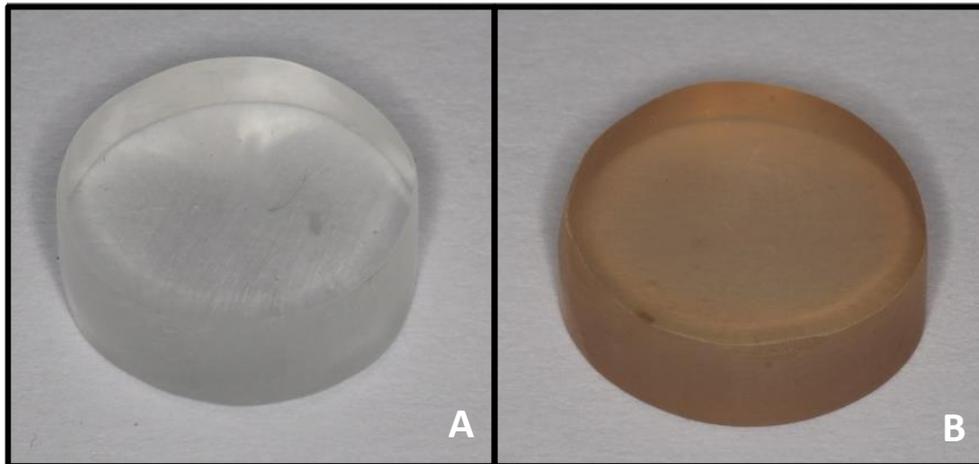


Figura 10: Corpos de prova em RAAT para análise rugosimétrica. A) Sem aplicação da película de DLC (Grupo controle - Gc); B) Com aplicação da película de DLC em sua superfície (Grupo tratado - Gt).

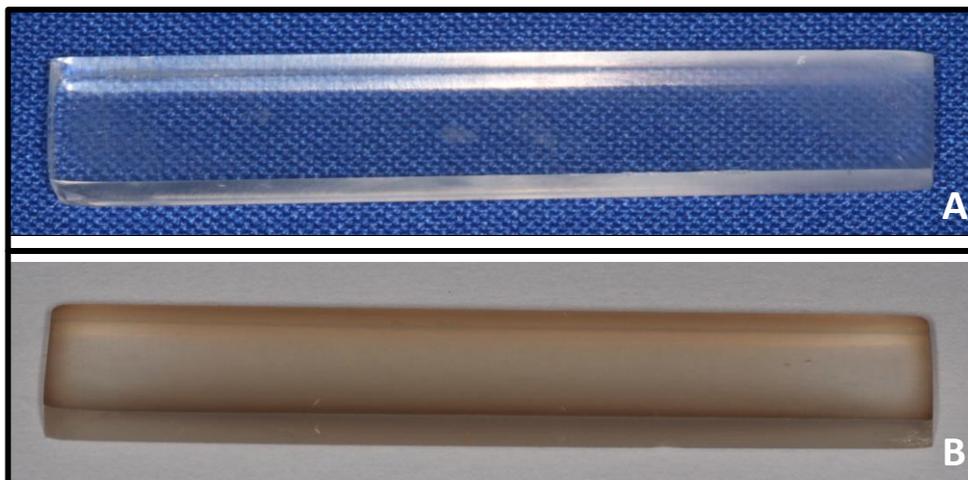


Figura 11: Corpos de prova em RAAT para ensaio de resistência à flexão. A) Sem tratamento da superfície (Gc); B) Superfície tratada com película de DLC (Gt).



Figura 12: Corpo de prova em RAAT para ensaio de resistência ao desgaste. A) Sem aplicação da película de DLC (Gc); B) Com aplicação de película de DLC em sua superfície (Gt). A película foi aplicada apenas em umas das extremidades.

4.2.4 – Realização dos ensaios

4.2.4.1 – Ensaio de resistência à flexão

A resistência à flexão foi verificada por meio de ensaio de flexão em três pontos utilizando-se máquina de ensaios mecânicos universais (Instron 3365, Instron Corporation, Nordwood, MA, EUA) calibrada com célula de carga de 5 kN e velocidade constante de 5 mm/minuto, seguindo todas as recomendações da ISO/20795-1:2013³⁴. Os corpos-de-prova foram armazenados individualmente em água destilada numa estufa a 37°C durante 48 horas; passado esse período, foram secos com papel absorvente e posicionados na máquina sobre um dispositivo em aço inoxidável confeccionado para este fim. Cada amostra foi apoiada em dois pontos, um em cada extremidade, de modo que a superfície recoberta pela película de carbono ficasse voltada para baixo e um terceiro ponto fixo aplicasse a força no centro do corpo de prova, em sentido contrário aos apoios de forma gradativa até a fratura (**Figura 13**).

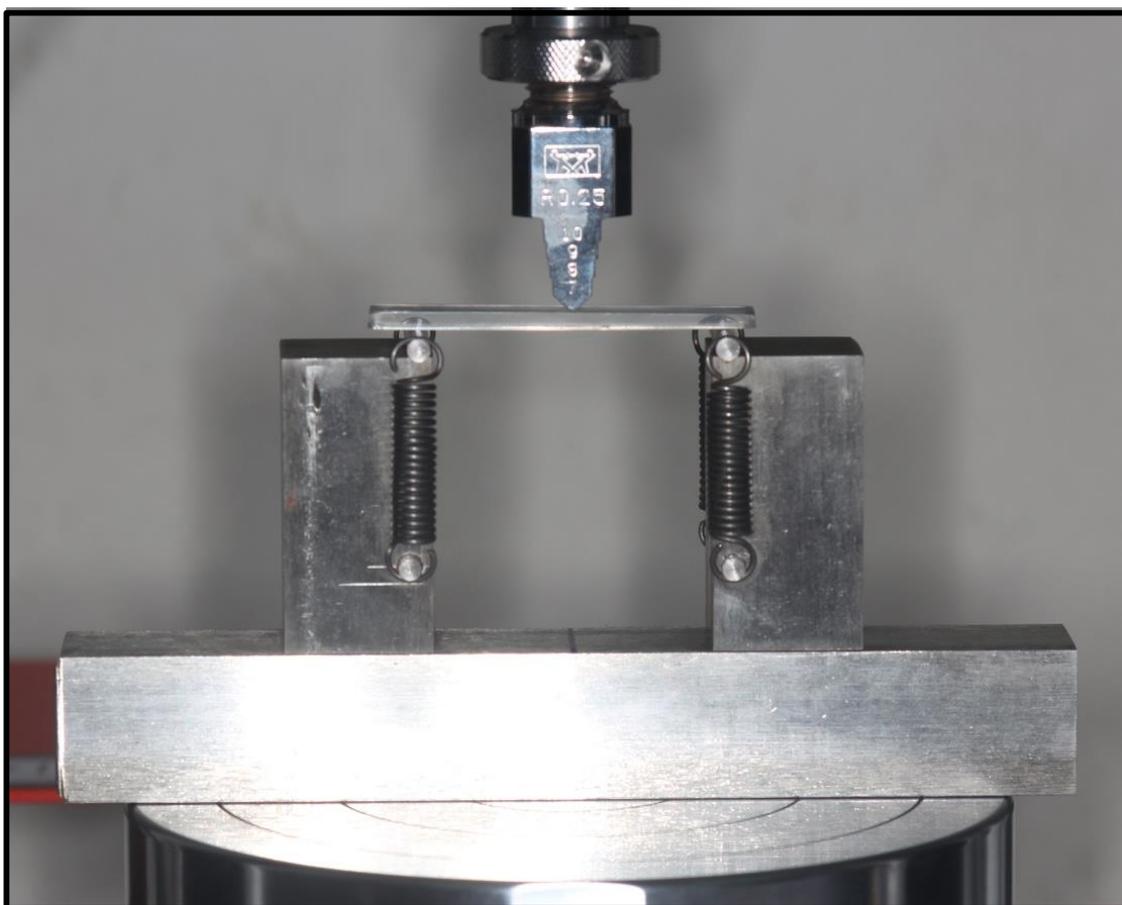


Figura 13: Corpo de prova apoiado em dispositivo para ser submetido ao teste de resistência à flexão em três pontos.

O valor da resistência à flexão foi calculado pelo próprio equipamento e obtido aplicando-se a fórmula abaixo:³⁴

$$\sigma = \frac{3FI}{2bh^2}$$

Onde, σ é a resistência à flexão (Mpa), F é a carga máxima de fratura (N), I é a distância entre os apoios (mm), b a largura do corpo de prova e h sua altura.

4.2.4.3 Ensaio de resistência ao desgaste

O ensaio de resistência ao desgaste foi realizado utilizando-se máquina universal de ensaio biaxial (Instron E10.000, Instron Corporation, Nordwood, MA, EUA) de acordo com metodologia adaptada de Collares et al (2009)³⁵. Cada corpo de prova foi fixado na garra da máquina de modo que uma das extremidades ficasse exposta e foi estabilizado por silicona de condensação para evitar sua crepitação. A máquina contém um pistão com ponta arredondada que realiza movimentos cíclicos, no qual foi empregada uma carga de 200 N, com amplitude de 15° e frequência de 1,6 Hz, num total de mil ciclos (**Figura 14**). O movimento do pistão sobre a amostra promove um desgaste na superfície da mesma no formato de edentações elípticas bem delimitadas.

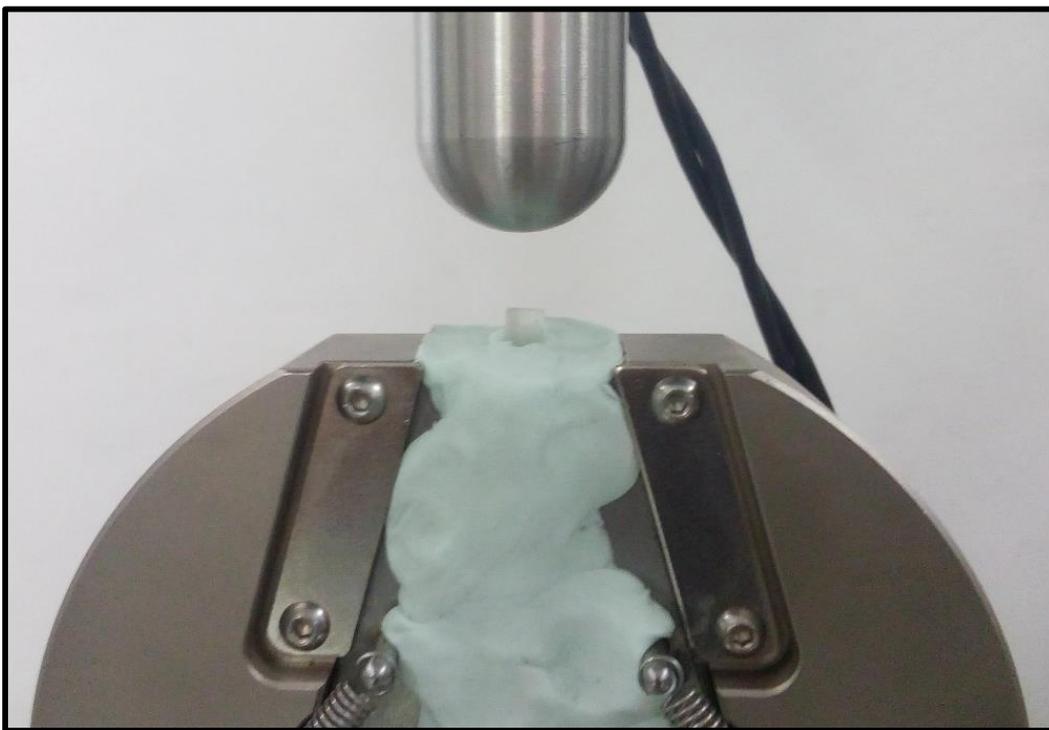


Figura 14: Corpo de prova fixado na máquina universal de ensaio biaxial para realização do desgaste.

Antes e após o ensaio as amostras passaram por um equipamento de medição por coordenadas (Crysta-Apex S 574, Mitutoyo Corporation, Kawasaki, Japão) a fim de verificar a diferença de retilidade e assim identificar o desgaste sofrido para os dois grupos. Foram medidos três pontos num percurso de 2 mm

para cada amostra, sendo empregada uma zona de tolerância de 0,1 mm para cima e para baixo.

Após a realização do desgaste, as amostras passaram também por análise de superfície através de aparelho de perfilometria óptica sem contato (CCI MP, Taylor Hobson, Inglaterra) conectado a uma unidade computadorizada contendo o software Talysurf CCI (Taylor Hobson, Inglaterra) para obtenção e análise dos dados. Foi utilizado um cutoff de 0,25 mm com objetiva 10 X, abertura numérica de 0.3 e velocidade de scaneamento de 1X no modo xyz (resolução 512 x 512) empregando-se uma configuração de *stitching* a fim de permitir a união das imagens obtidas e assim visualizar toda a área das edentações formadas no material e permitir a verificação de sua topografia e profundidade. Para tal, cada corpo de prova foi posicionado sobre uma placa de vidro e fixado com cera utilidade (**Figura 15**).

Utilizando o software Talysurf CCI (Taylor Hobson, Inglaterra), foram traçadas duas retas perpendiculares sobre cada imagem obtida, formando uma cruz que passava pelo centro da edentação, e para cada uma delas foram selecionadas as duas áreas mais profundas; assim, com a média desses valores obteve-se a profundidade (μm) para cada amostra, possibilitando-se verificar possíveis diferenças de desgaste entre os grupos.

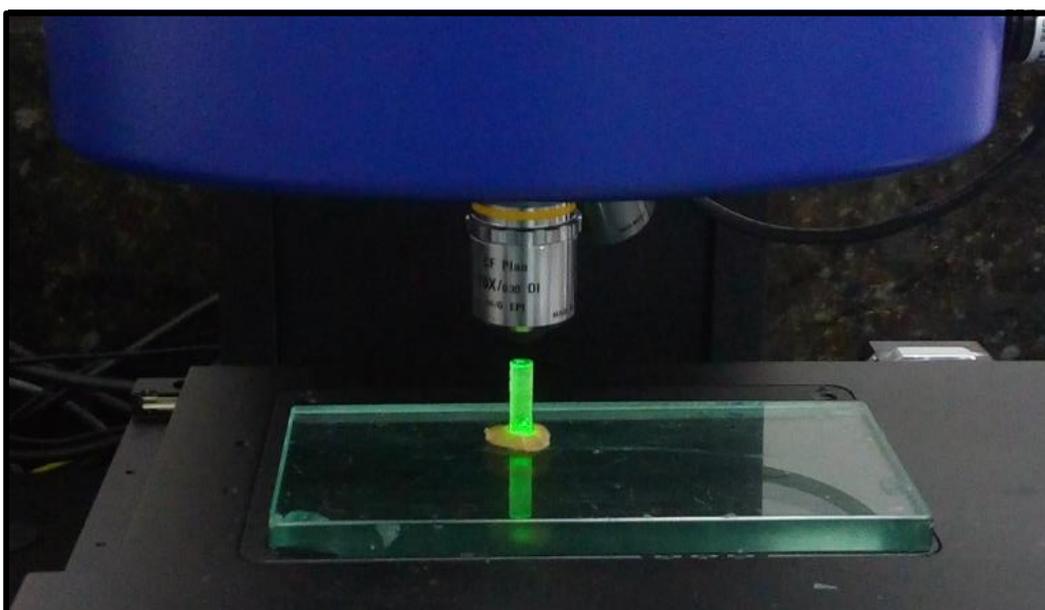


Figura 15: Corpo de prova fixado sobre uma placa de vidro com auxílio de cera utilidade para análise no perfilmetro óptico.

4.2.4.2 Análise rugosimétrica

As amostras passaram por análise de superfície para avaliação de sua topografia e mensuração da rugosidade (R_a) em aparelho de perfilometria óptica sem contato (CCI MP, Taylor Hobson, Inglaterra) conectado a uma unidade computadorizada contendo o software Talysurf CCI (Taylor Hobson, Inglaterra) para obtenção dos dados. Foi empregado um cutoff de 0,25 mm com uma lente 20 X, abertura numérica de 0.4 e velocidade de scaneamento de x5 no modo xy (resolução 1024 x 1024). Foram realizadas cinco mensurações para cada corpo de prova (uma na área central e as demais de acordo com a movimentação da lente 2 mm para cima, para baixo, para direita e para esquerda, seguindo o desenho de uma cruz (**Figura 16**) a partir das quais foi retirada a média de rugosidade de cada corpo.^{11,13,18}

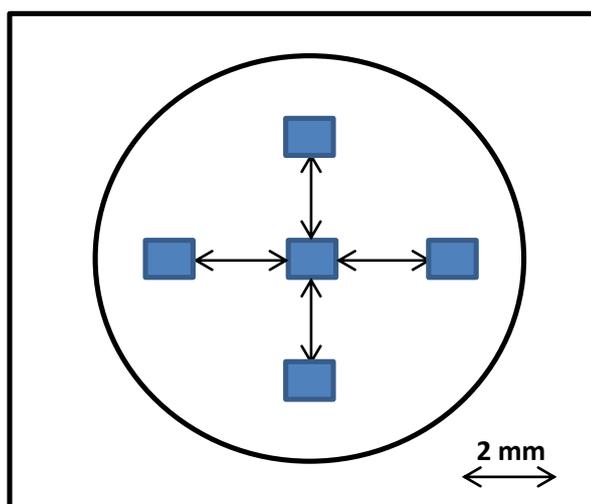


Figura 16: Esquema ilustrativo do padrão em cruz utilizado para seleção das áreas de mensuração da rugosidade. Partindo-se do centro (quadrado central) deslocou-se a lente do perfilômetro em 2 mm para cada uma das coordenadas (Norte, Sul, Leste e Oeste), resultando em 5 valores de rugosidade (R_a) por corpo-de-prova, a partir do qual foi feita uma média.

4.2.5 Análise estatística

Os resultados foram tabulados em banco de dados criado no programa SPSS (*Statistical Package for Social Sciences*) versão 19.0 e submetidos ao teste de normalidade Shapiro-Wilk. Para os dados relativos à rugosidade (R_a) e retilineidade foi encontrada uma distribuição normal; a diferença entre os grupos (G_c e G_t) foi verificada por meio de teste t e demonstrada através de gráficos com média e desvio-padrão. Já para a resistência à flexão e a profundidade das edentações, os dados tiveram uma distribuição não-normal, sendo aplicado o teste não-paramétrico de Mann-Whitney U para identificar as diferenças entre os grupos e os resultados demonstrados em gráficos com mediana e distância interquartil. Adotou-se um nível de significância de 5% para todos os testes realizados. A topografia superficial das amostras foi analisada de forma qualitativa.

5 RESULTADOS

5.1 Resistência à flexão

Não foi encontrada diferença estatisticamente significativa entre os grupos Gt (103,3 MPa; IQ 97,67 ± 110,32) e Gc (105,3 MPa; IQ 98,95 ± 109,06) em relação à resistência à flexão, com $p=0,606$ conforme a **Figura 17**.

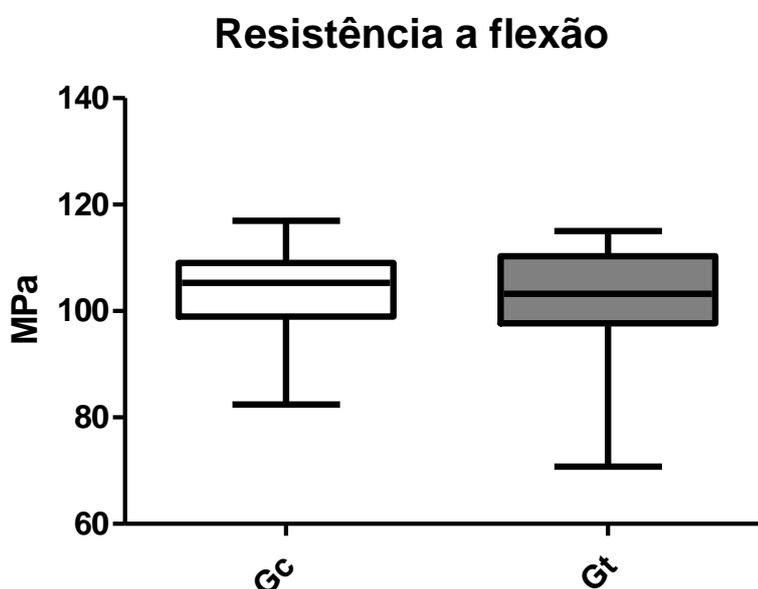


Figura 17: Valores da resistência à flexão em MPa (mediana ± IQ) para os grupos Gc e Gt.

5.2 Resistência ao desgaste

Não foi encontrada diferença estatisticamente significativa entre os grupos Gt (0,006 ± 0,0059 mm) e Gc (0,005 ± 0,0052 mm) em relação ao valor de retilineidade obtido após desgaste, com $p=0,774$, conforme a **Figura 18**. Também não foi encontrada diferença estatisticamente significativa entre os grupos Gt (30,43 μm; IQ 24,19 ± 36,68) e Gc (30,08 μm; IQ 28,16 ± 38,20)

quanto à profundidade das edentações obtidas na superfície das amostras após o desgaste, com $p=0,81$, conforme a **Figura 19**.

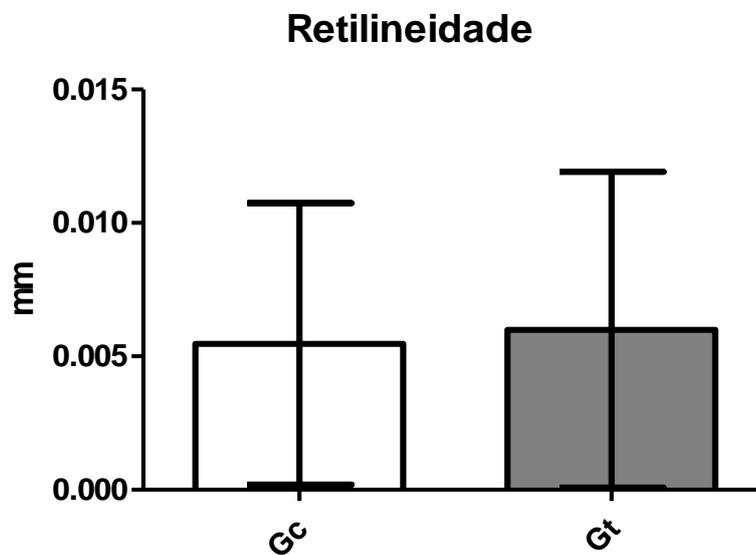


Figura 18: Valores de retilidade (média \pm DP) em mm para os grupos Gc e Gt após desgaste.

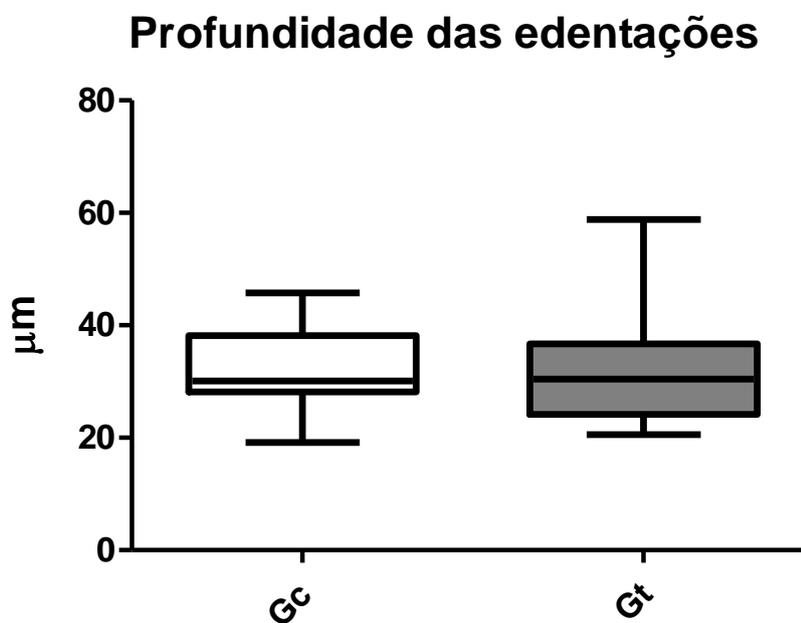


Figura 19: Valores da profundidade das edentações em μm (mediana \pm IQ) para os grupos Gc e Gt após desgaste.

5.3 Rugosimetria

O grupo tratado com a película apresentou uma rugosidade média maior ($0,108 \pm 0,013 \mu\text{m}$) do que o grupo controle ($0,038 \pm 0,010 \mu\text{m}$), havendo uma diferença estatisticamente significativa entre eles, com $p < 0,0001$ conforme observado na **Figura 20**.

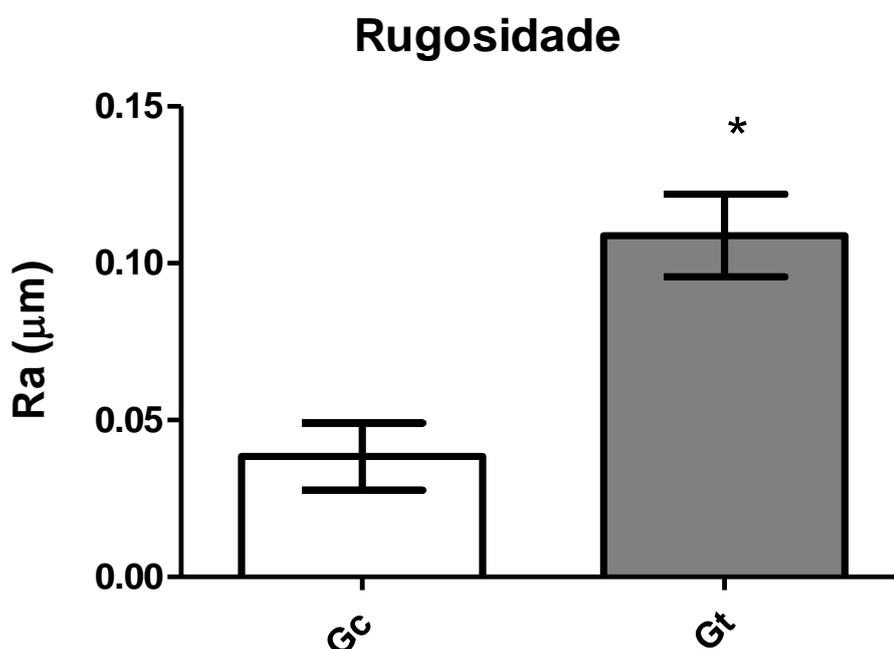


Figura 20: Valores da rugosidade (Ra) em μm (média \pm DP) para os grupos Gc e Gt. *Diferença estatisticamente significativa, $p < 0,0001$.

5.4 Topografia superficial

Na **Figura 21** pode-se observar o aspecto visual das edentações formadas na superfície das amostras para os dois grupos após o desgaste, enquanto que na **Figura 22** as mesmas imagens são observadas em 3D através de perfilometria. Já nas **Figuras 23 e 24** pode-se observar a topografia superficial das amostras com e sem aplicação de película através de imagens de perfilometria.

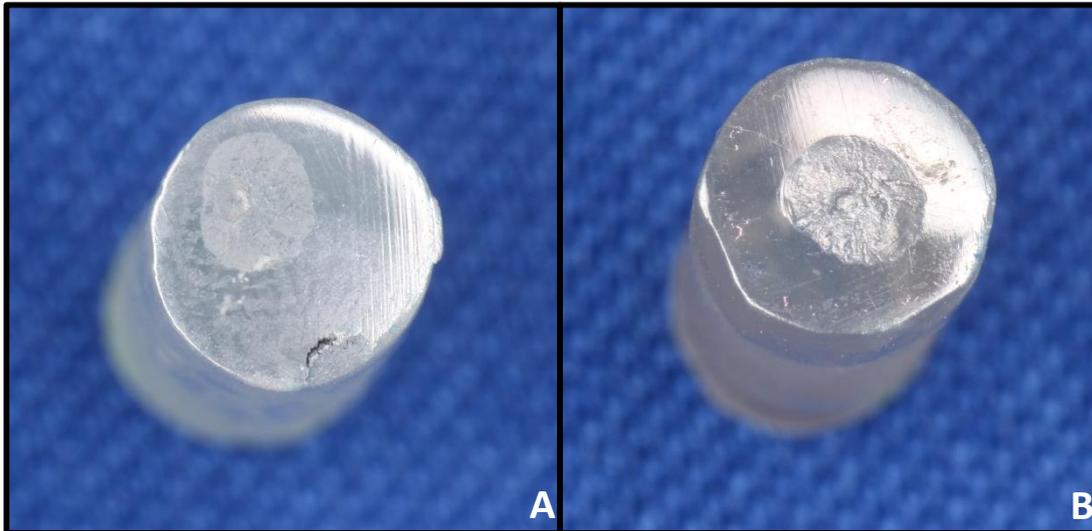


Figura 21: Aspecto visual das edentações formadas na superfície dos corpos de prova submetidos ao desgaste: A) Gt - com deposição de película de DLC na superfície; B) Gc - sem deposição.

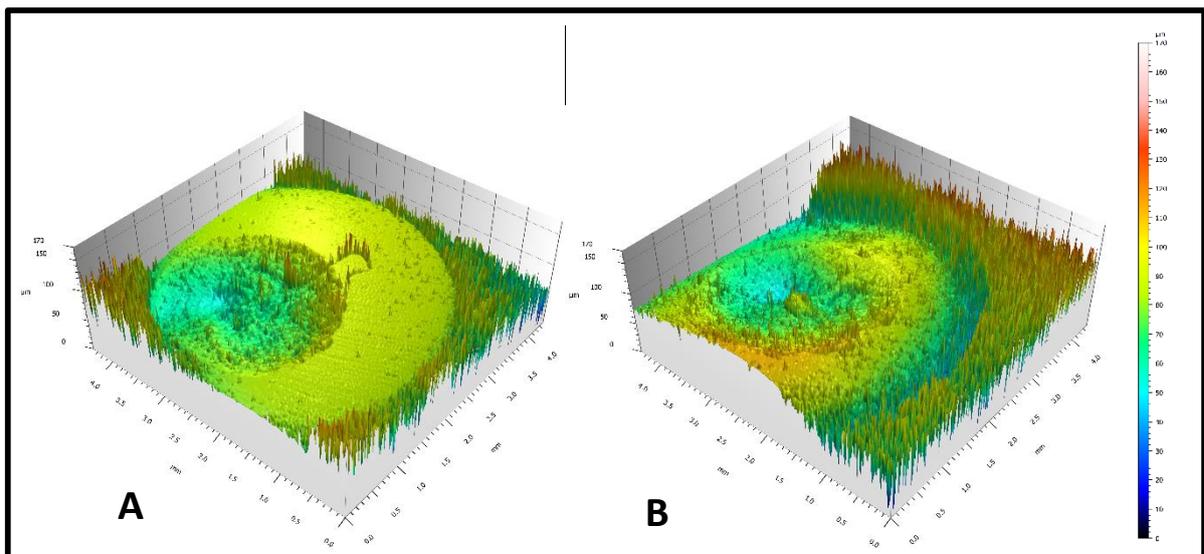


Figura 22: Aspecto visual por meio de perfilometria 3D de edentação formada na superfície dos corpos de prova. A) Gc (controle); B) Gt (grupo tratado).

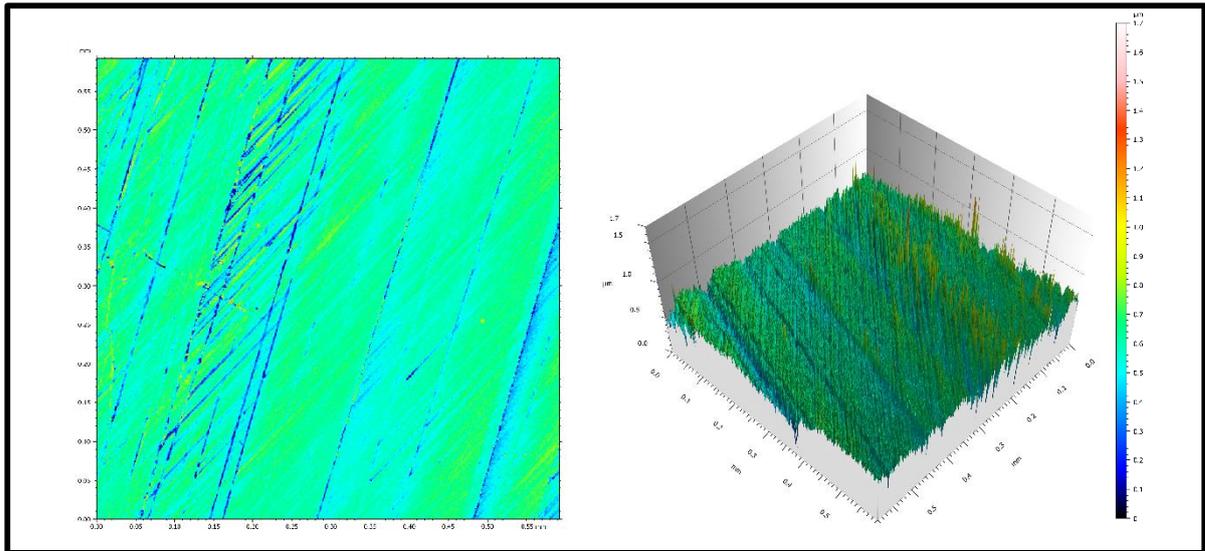


Figura 23: Imagem de perfilometria (objetiva de 20 X) mostrando aspecto da superfície da RAAT sem deposição de película de DLC (Gc).

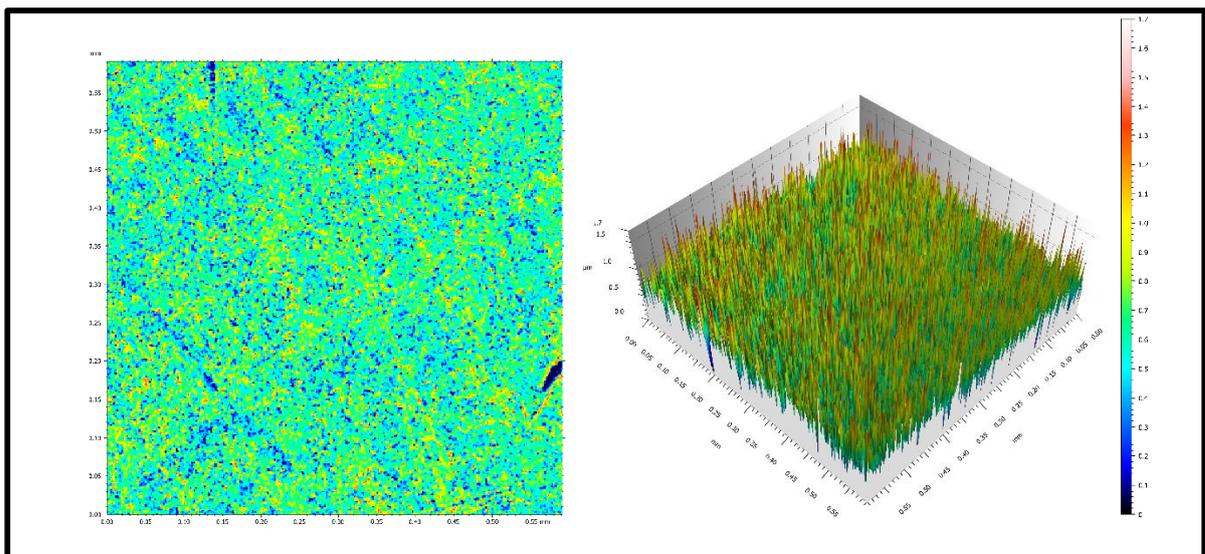


Figura 24: Imagem de perfilometria (objetiva de 20 X) mostrando aspecto da superfície da RAAT com deposição de película de DLC (Gt).

6 DISCUSSÃO

Diante de vantagens como biocompatibilidade, baixa suscetibilidade a fraturas, boa transmissão de luz e peso leve, o PMMA é amplamente utilizado na Odontologia, no entanto, este material apresenta algumas limitações, como baixa resistência à abrasão e ao desgaste^{3,4,36} e alta rugosidade superficial.¹⁴ Portanto, a aplicação do DLC na superfície da RAAT objetivou melhorar tais propriedades e assim aumentar a vida útil de placas oclusais, próteses dentárias mais extensas e dentes para prótese em resina acrílica, além de provisórios de longa duração e/ou sobreimplantes através da prevenção de fraturas e desgaste advindos de abrasão por escovação ou bruxismo.

Ressaltamos as limitações inerentes a um estudo *in vitro* diante da não exposição dos materiais testados às condições do meio bucal, além de dificuldades metodológicas, como a realização de acabamento e polimento manuais. Contudo, medidas foram tomadas a fim de diminuir a possibilidade de vieses através da utilização de um único operador em todas as fases de preparo dos corpos de prova e o emprego de sua alocação randômica entre os grupos.

Embora a técnica de obtenção de filmes de DLC já venha sendo utilizada há vários anos na indústria e na engenharia, poucos são os trabalhos que tem utilizado esse tipo de revestimento aplicado à Odontologia. Sendo assim, a comparação dos presentes resultados com os outros estudos se tornou bastante difícil.

A resistência de um material corresponde à tensão máxima em que este sofre deformação plástica ou fratura, e depende de diversos fatores, como taxa de deformação, formato e acabamento superficial do corpo de prova e o meio em que este é testado. Quando uma força externa atua sobre um corpo, ocorre uma reação oposta de igual magnitude mas direção contrária (tensão), gerando uma deformação, seja ela elástica e/ou plástica.¹⁶

O teste de resistência à flexão de três pontos mensura simultaneamente a tensão (força sobre unidade de área) de tração, compressão e cisalhamento num

corpo de prova em forma de barra. A deformação resultante no corpo é representada por uma deformação compressiva na região superior (diminuição do comprimento) e uma deformação de tração na inferior (aumento do comprimento); uma tensão de cisalhamento ocorre nas extremidades apoiadas do corpo, mas não tem grande papel na fratura.¹⁶

A aplicação da película de DLC na superfície da resina acrílica não provocou um aumento no valor da resistência à flexão da mesma, contudo, os valores médios obtidos a partir dos grupos Gc (103,7 MPa) e Gt (101,7 MPa) foram maiores do que aqueles exigidos pela norma ISO 20795-1:2013(E)³⁴ que regulamenta este teste, segundo à qual, a resistência à flexão da RAAT não deve ser inferior a 65 MPa. A obtenção de valores tão altos de resistência à flexão pode estar relacionada ao alto grau de lisura superficial obtida nos corpos de prova, além disso, soma-se o fato dos corpos-de-prova terem sido posicionados com a área coberta pela película de DLC na porção inferior durante a realização do teste, e portanto, esteve sujeita às tensões de tração, que são predominantes nesta área. Entretanto, a película de DLC não possibilitou melhores valores de resistência à flexão à resina acrílica. Não encontrou-se, na literatura pesquisada, outros trabalhos que tenham procurado avaliar a resistência à flexão do PMMA com filme de DLC aplicado, sendo assim, a comparação dos resultados do presente estudo esteve prejudicada.

O desgaste representa o volume do material removido da amostra durante o movimento relativo entre duas superfícies quando colocadas em contato e pode ocorrer por adesão, abrasão ou corrosão.^{12,18,25} A adesão é um dos principais atributos que um sistema recobrimento/substrato (no caso, DLC/PMMA) deve possuir.^{5,18,25} Geralmente os filmes de DLC apresentam alta resistência ao desgaste, já que esta propriedade varia diretamente com a dureza. A dureza é uma medida da resistência do material a uma deformação plástica localizada, e no caso do DLC é dependente da razão sp^3/sp^2 .^{5,6,18}

No presente estudo não foi encontrada diferença estatisticamente significativa entre os grupos em relação à resistência ao desgaste. Uma possível explicação para esse resultado pode ser a perda de adesão entre a película e a resina, fato corroborado pela obtenção de edentações (por meio de perfilometria)

e de valores de retilidade semelhantes para os grupos Gc e Gt. Trabalhos tem demonstrado a fraca adesão entre esses materiais e tentativas de melhorá-la^{5,6,10,37} nesse sentido, o uso da Técnica de Deposição Química a Vapor Assistida por Plasma (PECVD) tem sido mais eficiente do que a deposição física.^{5,6} Outra alternativa seria a adição de filmes de silício (Si),^{6,10,18} carboneto de titânio (TiC)³⁷ ou nitreto de titânio (TiN)⁵ junto ao filme de DLC para melhorar sua união à resina, ou o uso do pré-tratamento com plasma de oxigênio (O₂)³⁶ que também tem sido proposto como uma forma de melhorar a adesão do filme ao PMMA. Limitações de ordem técnica e de acesso aos equipamentos não permitiram o uso dessas técnicas no presente estudo e são sugeridas para trabalhos futuros.

De acordo com Park, Lee e Park (2015)³⁷ mais um fator que pode levar à falhas de adesão entre o DLC e o substrato, seria a espessura do filme utilizado. Filmes mais espessos causam tensões internas durante a técnica de deposição que podem acarretar no seu posterior desprendimento. Em seu estudo, os pesquisadores utilizaram filme de DLC com espessura padrão de 200 nm em conjunto com filme de carboneto de titânio variando entre 0 e 40 nm de espessura e observaram melhora na adesão com o aumento do TiC. Guimarães (2008)¹⁹ obteve recobrimento de DLC com valor médio de espessura de 52,47 nm, cuja função de proteger braquetes metálicos contra corrosão no meio bucal foi satisfatória.

Lin et al (2008)⁶ depositaram filmes de DLC e Si através da PECVD com 500 nm de espessura em substratos de PPMA, resultando num recobrimento total de 1µm. Foram empregadas tensões de polarização de 100, 150, 250 e 350 V com o objetivo de comparar a resistência ao desgaste para cada uma delas. O coeficiente de atrito e a taxa de desgaste foram menores para o PMMA recoberto do que para o sem tratamento e pode ter relação com as maiores tensões de polarização, que geram filmes mais duros pela maior proporção de ligações sp³ em sua estrutura.

Li et al (2000)⁵ depositaram filmes de DLC e de TiN em substratos de PMMA empregando uma energia de bombardeamento que variou entre 200 e 1000 eV. Para o PMMA recoberto apenas com película de DLC, o coeficiente de atrito diminuiu gradativamente à medida que aumentou a energia de

bombardeamento até o limite de 600 eV; o PMMA recoberto com película de DLC e TiN apresentou comportamento semelhante, porém os valores do coeficiente de atrito foram menores. Ao se aumentar o tempo de exposição ao desgaste, os valores do coeficiente de atrito do grupo sem tratamento se manteve constante, enquanto que os grupos tratados tenderam a piorar, demonstrando que os filmes tendem a se deslocar após um certo período de desgaste.

A lisura superficial do substrato que irá receber a película de DLC também tem grande importância, a fim de otimizar a aderência do filme e prevenir a ocorrência de defeitos em sua superfície;^{18,23} deve-se realizar um polimento mecânico com o objetivo de alcançar uma rugosidade superficial final inferior a $1\mu\text{m}$.¹⁸ No presente trabalho, foi realizado o polimento mecânico dos corpos de prova em resina acrílica termopolimerizável com lixas de granulação decrescente (150, 240, 400, 600 e 1200), procedimento sugerido por Vionet (2005)²³, obtendo-se uma rugosidade bem inferior àquela preconizada, com uma média de $0,03\mu\text{m}$.

A rugosidade média R_a representa a média dos módulos das alturas dos picos e dos vales da superfície da amostra em relação a uma linha média.¹⁸ Após a aplicação da película sobre a resina acrílica foi observado um aumento na rugosidade média R_a para $0,10\mu\text{m}$. Esse resultado está em desacordo com Queiroz et al (2013)¹¹, onde o R_a encontrado com e sem a película manteve-se constante, com uma média de $0,14\mu\text{m}$. Tal fato pode se dar pelas diferenças nas técnicas de polimento aplicadas ao substrato, uma vez que Queiroz et al (2013)¹¹ empregaram apenas as lixas de granulação 320, 600 e 1200; dessa forma seu R_a da superfície sem tratamento manteve-se muito próximo do R_a da película. O aumento da rugosidade superficial com o uso do filme de DLC foi apontado por outros autores, como Enomoto et al (2010)³⁸ e Asakawa et al (2011)²⁰, embora os polímeros estudados não fosse o PMMA.

Pode-se notar que mesmo a aplicação da película tendo provocado um aumento na rugosidade da resina acrílica no presente estudo, o valor de R_a manteve-se abaixo daquele preconizado clinicamente pela literatura de $0,2\mu\text{m}$ ³⁹, não inviabilizando o uso clínico do DLC quanto à rugosidade. Como no trabalho de Queiroz et al (2013)¹¹, as imagens da perfilometria demonstram uma distribuição uniforme da película sobre a superfície da resina acrílica.

Uma possível explicação para a não influência do filme de DLC nas propriedades mecânicas testadas (resistência à flexão e ao desgaste) pode resultar na adesão do filme de DLC aos materiais poliméricos, que normalmente é inferior àquela encontrada para materiais cerâmicos ou metálicos.⁴⁰ Na situação estudada no presente estudo, no qual se forma um compósito composto por um material menos rígido como substrato (PMMA) com um recobrimento mais rígido (filme de DLC), os autores afirmam que se espera um comportamento físico complexo, e que quando esses materiais são deformados por tensão mecânica, as propriedades de fratura do filme fino de DLC deve ser fortemente dependente das propriedades físicas e químicas tanto do material de substrato quanto do filme.⁴⁰ O PMMA, por ser um polímero amorfo²⁰ e com baixa energia livre de superfície³⁶ pode apresentar problemas de união com o filme de DLC, o que se torna mais crítico quando ensaios que envolvem forças dinâmicas são utilizados.

Estudos adicionais buscando-se avaliar efeito de fatores como tratamentos de superfície do polímero, influência da espessura da película ou de cargas estáticas e dinâmicas no comportamento do compósito PMMA-DLC devem ser realizadas. Da mesma forma, verificou-se que na espessura estudada (± 250 nm) houve um comprometimento estético visível do polímero, que mostrou-se amarronzado, embora sem perder a transparência. Isso possivelmente poderia limitar a aplicação da técnica quando se pensa em dispositivos de PMMA utilizados em áreas estéticas, como dentes artificiais anteriores, por exemplo.

Salientamos as limitações de uma pesquisa laboratorial e a necessidade de validação do uso clínico do DLC na Odontologia, uma vez que, independente destes resultados, a técnica de deposição ainda não é conhecida neste meio e os custos de sua implantação nos laboratórios de prótese ainda seria considerado alto. Estudos adicionais são necessários para se ampliar o conhecimento dessa técnica, Esperando-se a assim contribuir com melhorias para possíveis aplicações de dispositivos odontológicos confeccionados a partir deste material.

7 CONCLUSÃO

A aplicação da película de carbono tipo diamante na superfície da resina acrílica ativada termicamente por energia de micro-ondas influenciou a rugosidade superficial e não influenciou a resistência à flexão e a resistência ao desgaste.

REFERÊNCIAS*

1. Ykada Y. Surface modification of polymers for medical applications. *Biomaterials*. 1994; 15(10):725-736.
2. Ban M, Yuhara T. Chemical resistance of DLC thin film deposited PMMA substrates. *Surf Coat Technol*. 2009; 203(17/18):2587- 2590.
3. Ohtake N, Uchi T, Yasuhara T, Takashima M. Characteristics of Diamond-Like Carbon Films Deposited on Polymer Dental Materials. *Jpn J Appl Phys*. 2012;51(9):090128-1/6.
4. Barbosa DB, Souza RF, Lucas MG, Leles CR, Compagnoni MA. Resistência à flexão de resina acrílica polimerizada pela energia de microondas. *Braz Dent Sci*. 2003; 6(2):72-79.
5. Li DJ, Cui FZ, Gu HQ, Li WZ. Ion beam-assisted deposition of DLC films on PMMA and TiN/PMMA. *Vacuum*. 2000; 56(3):205-211.
6. Lin Z, Lv SB, Yu ZJ, Li M, Lin TY, Ba DC et al Effect of bias voltage on Diamond-like carbon film deposited on PMMA substrate. *Surf Coat Technol*. 2008; 202 (22/23):5386-5389.
7. Sharma R, Pandey AK, Sharma N, Sasmal D, Barhai PK. Diamond like carbon films as a protective surface on PMMA for biomedical applications. *Surf Coat Technol*. 2010; 205(7):2495-2502.
8. Corazza PH, Silva AM, Queiroz JRC, Marocho SMS, Bottino MA, Massi M et al. Carbon film coating of abutment surfaces: Effect on the abutment screw removal torque. *Implant Dent*. 2014; 23(4):434-438.
9. Zhang H, Guo S, Wang D, Zhou T, Wang L, Ma J. Effects of nanostructured, diamondlike, carbon coating and nitrocarburizing on the frictional properties and biocompatibility of orthodontic stainless steel wires. *Angle Orthodontist [In-Press]*. 2016 fev. [Citado em 25 de março de 2016]; [cerca de 7p.] doi: <http://dx.doi.org/10.2319/090715-602.1>

10. Dearnaley G, Arps JH. Biomedical applications of diamond-like carbon (DLC) coatings: A review. *Surf Coat Technol.* 2005; 200(7):2518-2524.
11. Queiroz JRC, Fissmer SF, Koga-Ito CY, Salvia ACRD, Massi M, Silva Sobrinho AS et al. Effect of Diamond-like carbon thin film coated acrylic resin on *Candida albicans* biofilm formation. *J Prosthodont.* 2013; 22(6):451-455.
12. Robertson J. Diamond-like amorphous carbon. *Mater Sci Eng R.* 2002; 37(4-6):129-281.
13. Sorgini DB, Silva-Lovato CH, Souza RF, Davi LR, Paranhos HFO. Abrasiveness of Conventional and Specific Denture-Cleansing Dentifrices. *Braz Dent J.* 2012; 23(2):154-159.
14. Machado AL, Giampaolo ET, Vergani CE, Pavarina AC, Salles DSL, Jorge JH. Weight loss and changes in surface roughness of denture base and relined materials after simulated toothbrushing in vitro. *Gerodontology.* 2012; 29:e121–e127.
15. Lifshitz Y. Diamond-like carbon—present status. *Diam Relat Mater.* 1999; 8(8-9):1659-1676.
16. Anusavice KJ. *Phillips, materiais dentários.* 11 ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2005.
17. Vojdani M, Bagheri R, Khaledi AAR. Effects of aluminum oxide addition on the flexural strength, surface hardness, and roughness of heat-polymerized acrylic resin. *JDS.* 2012; 7: 238-244.
18. Venâncio VS. Caracterização de filmes de carbono do tipo diamante para aplicações biomédicas. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.
19. Guimarães ACM. Estudo in vitro de braquetes ortodônticos: avaliação biomecânica e liberação de ions. Dissertação (Mestrado em Engenharia

- Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.
20. Asakawa R, Nagashima S, Nakamura Y, Hasebe T, Suzuki T, Hotta A. Combining polymers with diamond-like carbon (DLC) for highly functionalized materials. *Surf Coat Technol.* 2011;206:676–685.
 21. Song BJ, Song WJ, Han JH, Kim KR, Yoon SJ, Kim TG, et al. Microstructure and properties of silicon-incorporated DLC film fabricated using HMDS gas and RF-PECVD process. *J Nanosci Nanotechnol.* 2014;14(12):9124-9130.
 22. Dai W, Wang A, Wang Q. Microstructure and mechanical property of diamond-like carbon films with ductile copper incorporation. *Surf Coat Technol.* 2015; 272:33–38.
 23. Vionet MZ. Recobrimentos de carbono amorfo para utilização em limas endodônticas. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.
 24. Grill A. Diamond-like carbon coatings as biocompatible materials—an overview. *Diam Relat Mater.* 2003;12:166–170.
 25. Teixeira TND. Recobrimentos de carbono amorfo em parafusos de titânio para conexões protéticas. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Rio de Janeiro, 2005.
 26. Schwonbach ER, Thomé G, Golin AL, Melo ACM, Sartori IAM, Borges AFS. Pré-carga de parafuso com tratamento de superfície diamond-like carbon: prevenção do desaperto. *RGO.* 2008; 56(1): 93-96.
 27. Kim SK, Lee JB, Koak JY, Heo SJ, Lee KR, Cho LR et al. An abutment screw loosening study of a Diamond Like Carbon-coated CP titanium implant. *J Oral Rehabil.* 2005; 32:346–350.

28. Ozkomur A, Erbil M, Akova T. Diamond like carbono coating as a galvanic corrosion barrier between dental implant abutments and nickel-chromium superstructures. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2013; 28:1037-1047.
29. Moreira RHS. Análise do comportamento biomecânico de fios ortodônticos após tratamento de superfície. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2010.
30. Muguruma T, Iijima M, Brantley WA, Nakagaki S, Endo K, Mizoguchi I. Frictional and mechanical properties of diamond-like carboncoated orthodontic brackets. *European Journal of Orthodontics*. 2013;35: 216–222.
31. Akaike S, Hayakawa T, Kobayashi D, Aono Y, Hirata A, Hiratsuka M, et al. Reduction in static friction by deposition of a homogeneous diamond-like carbono (DLC) coating on orthodontic brackets. *Dent Mater J*. 2015; 34(6): 888–895.
32. Kang T, Huang SY, Huang JJ, Li QH, Diao DF, Duan YZ. The effects of Diamond-Like Carbon films on fretting wear behavior of orthodontic archwire-bracket contacts. *J Nanosci Nanotechnol*. 2015;15(6):4641-4647.
33. Cohen J. *Statistical power analysis for the behavioral sciences*. Hillsdale: Lawrence Erlbaum Associates; 1988.
34. International Organization for Standardization. *Dentistry – Base polymers – Part 1: Denture base polymers*. Geneva: ISO 20795-1, 2013 (E).
35. Collares FM, Schwartz E, Ogliari FA, Pereira AS, Samuel SMW. Análise comparativa do desgaste de materiais odontológicos através de Tribômetro Callowear – ensaio “in vitro”. *Rev Fac Odontol Porto Alegre*. 2009; 50(2):33-36.
36. Matsumoto R, Sato K, Ozeki K, Hirakuri K, Fukui Y. Cytotoxicity and tribological property of DLC films deposited on polymeric materials. *Diam Relat Mater*, 2008; 17:1680–1684.

37. Park C, Lee J, Park YS. Thickness effects of TiC interlayer on tribological properties of diamond-like carbon prepared by unbalanced magnetron sputtering method. *J Nanosci Nanotechnol*, 2015; 15:9009–9013.
38. Enomoto K, Hasebe T, Asakawa R, Kamijo A, Yoshimoto Y, Suzuki T et al. Controlling the drug release rate from biocompatible polymers with micro-patterned diamond-like carbon (DLC) coating. *Diam Relat Mater*, 2010; 19: 806–813.
39. Chatzivasileiou K, Emmanouil L, Kotsiomit E, Pissiotis, A. Polishing of Denture Base Acrylic Resin with Chairside Polishing Kits: An SEM and Surface Roughness Study. *Int J Prosthodont*, 2013; 26(1):79–81
40. Tsubone D, Hasebe T, Kamijo A, Hotta A. Fracture mechanics of diamond like carbon (DLC) films coated on flexible polymer substrates. *Surf Coat Technol*, 2007; 201:6423–6430.

* De acordo com as normas do PPGO/UFPB, baseadas na norma do International Committee of Medical Journal Editors - Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

APÊNDICE 1

RESULTADOS DOS ENSAIOS REALIZADOS PARA CADA AMOSTRA

Resistência à flexão (Mpa)		
Amostra	Gc	Gt
1	94.20	98.43
2	105.47	104.53
3	103.06	101.45
4	109.27	103.54
5	116.96	109.39
6	116.71	70.78
7	94.39	110.72
8	105.13	110.63
9	107.88	102.96
10	108.99	100.10
11	112.75	99.56
12	108.61	86.83
13	83.72	106.43
14	108.61	115.06
15	104.60	95.41
16	103.38	111.91
17	100.48	110.22
18	82.43	91.97

Retilidade após desgaste (mm)

Amostra	Gc	Gt
1	0,012	0,007
2	0,006	0,009
3	0,005	0,01
4	0,006	0,003
5	0,007	0,008
6	0,012	0,01
7	0,004	0,009
8	0,01	0,009
9	0	0,005
10	0,01	0,015
11	0,002	0,017
12	0,011	0,003
13	0,002	0,002
14	0,008	0
15	0,003	0,014
16	0,004	0,006
17	0,007	0,012
18	0,002	0,001

**Profundidade média das
edentações após desgaste (μm)**

Amostra	Gc	Gt
1	32,225	31,125
2	28,175	48,1
3	29,65	37,525
4	29,225	33,225
5	36,725	24,3
6	28,125	24,625
7	30,975	27,55
8	19,15	22,7225
9	19,275	20,5975

Rugosidade (Ra) média		
Amostra	Gc	Gt
1	0,037	0,11524
2	0,0576	0,112
3	0,0254	0,1398
4	0,0462	0,1146
5	0,026	0,1154
6	0,057	0,0804
7	0,0368	0,1136
8	0,0428	0,102
9	0,0232	0,0938
10	0,028	0,1016
11	0,0356	0,1062
12	0,0268	0,0984
13	0,0426	0,1184
14	0,0322	0,1048
15	0,0514	0,1028
16	0,0368	0,1102
17	0,0472	0,107
18	0,0454	0,1308

APÊNDICE 2

PRODUÇÃO CIENTÍFICA NO BIÊNIO 2014-2015

1) Artigos científicos

1.1 TÍTULO: Prevalence of signs and symptoms of temporomandibular disorder in pre-entrance examination students: Association of emotional factors, parafunctional habits and impact on quality of life

AUTORES: Marcilia Ribeiro Paulino, Vanderlucia Gomes Moreira, George Azevedo Lemos - Lemos, Pâmela Lopes Pedro da Silva, Paulo Rogério Ferreti Bonan, André Ulisses Dantas Batista

REVISTA: Ciência e Saúde Coletiva

CONCEITO CAPES: B1 Odontologia

STATUS: Prelo

1.2 TÍTULO: Temporomandibular disorders and oral habits in high-school adolescents: a public health issue?

AUTORES: Caroline Bronzeado de OLIVEIRA; Jully Anne Soares de LIMA; Pâmela Lopes Pedro da SILVA; Franklin Delano Soares FORTE; Paulo Rogério Ferreti BONAN; André Ulisses Dantas BATISTA

REVISTA: Revista Gaúcha de Odontologia

CONCEITO CAPES: B3 Odontologia

STATUS: Publicado (<http://dx.doi.org/10.1590/1981-863720160001000013054>)

1.3 TÍTULO: The knowledge level of dental surgeons regarding the relationship between occlusal factors and Temporomandibular Disorders (TMD)

AUTORES: Jefferson Filippo Castro de ASSIS, Pâmela Lopes Pedro da SILVA, Jully Anne Soares de LIMA, Franklin Delano Soares FORTE, André Ulisses Dantas BATISTA

REVISTA: Revista de Odontologia da UNESP

CONCEITO CAPES: B3 Odontologia

STATUS: Publicado (Doi: <http://dx.doi.org/10.1590/1807-2577.11615>)

1.4 TÍTULO: Prevalência de disfunção temporomandibular e associação com fatores psicológicos em estudantes de Odontologia

AUTORES: George Azevedo Lemos, Pâmela Lopes Pedro da Silva, Marcília Ribeiro Paulino, Vanderlucia Gomes Moreira, Rejane Targino Soares Beltrão, André Ulisses Dantas Batista

REVISTA: Revista Cubana de Estomatología

CONCEITO CAPES: B3 Odontologia

STATUS: Publicado
(<http://www.revestomatologia.sld.cu/index.php/est/article/view/764/221>)

1.5 TÍTULO: Sobrevida de prótese parcial fixa posterior em zircônia: revisão sistemática de estudos clínicos com até 7 anos de acompanhamento

AUTORES: Pâmela Lopes Pedro da Silva, George Azevedo Lemos, Roberta Ferreti Bonan, José Renato Cavalcanti Queiroz, André Ulisses Dantas Batista

REVISTA: Cerâmica

CONCEITO CAPES: B3 Odontologia

STATUS: Publicado

1.6 TÍTULO: Low-level laser therapy for temporomandibular disorders (TMD) treatment: A systematic review of randomized trials

AUTORES: Priscila K. B. S. Leite; Nicole F. P. Melo; Pâmela L. P. Silva; Robinsom V. Montenegro; Paulo R. F. Bonan; André U. D. Batista

REVISTA: Journal of Research in Dentistry

CONCEITO CAPES: B5 Odontologia

STATUS: Publicado

2) Capítulos de livro

2.1 TÍTULO: Capítulo 27 - Reabilitação estética em dentes anteriores com coroas totais e prótese parcial fixa em zircônia - relato de caso clínico

AUTORES: SILVA PLP, LIMA JAS, BONAN RF, CARLO HL, BATISTA AUD

LIVRO: Giselle Medeiros da Costa One; Roseanne da Cunha Uchôa. (Org.). Odontologia integrada. 1ed. João Pessoa: Impressos Adilson, 2014, p. 295-305.

2.2 TÍTULO: Capítulo 38 - Relação entre disfunção temporomandibular, zumbido e sintomas auditivos

AUTORES: SILVA PLP, LIMA JAS, BATISTA AUD, UCHOA RC, SILVA PLP

LIVRO: Giselle Medeiros da Costa One; Roseanne da Cunha Uchôa. (Org.). Odontologia integrada. 1ed. João Pessoa: Impressos Adilson, 2014, p. 414-422.

3) Estágios de docência

3.1 Disciplina de Clínica de Integração – Área: Prótese Dentária (julho/2014-dezembro/2015)

3.2 Disciplina de Oclusão (julho/2014-julho/2015)

4) Organização de eventos

Coordenadora da Comissão Científica da Pós-graduação no I Encontro de Pós-graduação em Odontologia do PPGO/UFPB, XXV Mostra de Iniciação Científica em Odontologia, IV Encontro Paraibano de Iniciação Científica em Odontologia. 2014.

5) Avaliação de trabalhos científicos

Avaliadora de painéis científicos no I Encontro de Pós-graduação em Odontologia do PPGO/UFPB, XXV Mostra de Iniciação Científica em Odontologia e IV Encontro Paraibano de Iniciação Científica em Odontologia. 2014.

6) Resumos publicados em anais de eventos

6. 1 TÍTULO: Prevalência de trauma dentofacial e sua relação com disfunção temporomandibular (DTM) em praticantes de esporte de contato: estudo piloto

AUTORES: BATISTA, AUD; LEITE, P. K. B. S.; MELO, N. F. P.; LIMA, J. A. S.; SILVA, P. L. P.; BONAN, R. F.; BONAN, P. R. F.; CARLO, H. L.

ANAIS: 32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica, 2015, Campinas. Brazilian Oral Research, 2015.

6.2 TÍTULO: Prevalência de Sinais Clínicos de Disfunção Temporomandibular (DTM) em Alunos Pré-vestibulandos.

AUTORES: SILVA P. L. P.; MOREIRA, V. G.; LIMA, J. A. S.; LEMOS, G. A.; FORTE, F. D. S.; BONAN, P. R. F. ; BONAN, R. F. ; BATISTA, A. U. D.

ANAIS: 31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica, 2014, Águas de Lindóia. Brazilian Oral Research, 2014. v. 28.

6.3 TÍTULO: Prevalência de sinais de disfunção temporomandibular (DTM) em praticantes de esportes de contato na cidade de João Pessoa-PB

AUTORES: SILVA, P. L. P.; MELO, N. F. P.; LEITE, P. K. B. S.; BONAN, P. R. F.; D`ASSUNCAO, F. L. C.; BATISTA, A. U. D.

ANAIS: I Encontro de Pós-graduação em Odontologia do PPGO/UFPB, XXV Encontro de Iniciação Científica em Odontologia, IV Encontro Paraibano de Iniciação Científica em Odontologia, 2014, João Pessoa. Revista Brasileira de Ciências da Saúde - RBCS online, 2014. v. 19

7) Participação em eventos

V Encontro Paraibano de Iniciação Científica em Odontologia/ II Encontro de Pós-graduação em Odontologia da UFPB/ XXVII Mostra de Iniciação Científica em Odontologia. 2015.