



AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA ENTRE ESTRUTURAS DE ZIRCÓNIA DE 3 MARCAS: Vita In-Ceram YZ , Sirona InCoris Zi e Ivoclar IPS Empress CAD

Orientadora: Professora Doutora Lídia Carvalho

Gonçalo Silva

Dissertação apresentada ao Instituto Superior de Ciências da Saúde – Norte, para obtenção do grau Mestre em Reabilitação Oral

Gandra 2012

Agradecimentos

A realização desta Dissertação de Mestrado só foi possível graças à colaboração e ao contributo, de forma directa ou indirecta, de várias pessoas e instituições, às quais gostaria de exprimir algumas palavras de agradecimento e profundo reconhecimento, em particular:

à Prof^a. Doutora Lúcia Carvalho, pela disponibilidade manifestada para orientar este trabalho, pela preciosa ajuda na definição do objecto de estudo, pela exigência de método e rigor, pela incansável orientação científica, pela revisão crítica do texto, pelos comentários, esclarecimentos, opiniões e sugestões, pela cedência e indicação de alguma bibliografia relevante para a temática em análise, pelos oportunos conselhos, pela acessibilidade, cordialidade e simpatia demonstradas, pela confiança que sempre me concedeu e pelo permanente estímulo que, por vezes, se tornaram decisivos em determinados momentos da elaboração desta tese, pelo interesse evidenciado, incluindo o benéfico acompanhamento ao longo do meu percurso académico, como Prof^a da disciplina de Materiais durante o bacharelato de Prótese Dentária, na Escola Superior Saúde Vale Sousa;

ao Prof. Doutor José Mendes - como coordenador e orientador deste mestrado, o qual me orientou na fase clínica deste mestrado;

ao Prof. Doutor Joaquim Moreira, à Prof^a Doutora Filomena Salazar, ao Prof. Doutor José Júlio pelo apoio exercido para execução dos testes do estudo realizado;

ao Dr^o Lino Afonso, da Majestic Smile, pelo apoio, disponibilidade e rigor na confeção dos provetes de teste;

ao Dr^o Manuel Neves pelo apoio e tempo cedido para a elaboração desta tese de dissertação;

à Dr^a Daniela Silva, do Cemup, pela ajuda técnica na pesquisa microscópica das amostras;

aos meus colegas e amigos, pela prestimosa colaboração, amizade e espírito de entreatajuda;

por último, mas não menos importante, à minha família, pelo apoio e compreensão inestimáveis, pelos diversos sacrifícios suportados e pelo constante encorajamento a fim de prosseguir a elaboração deste trabalho.

A todos, enfim, reitero o meu apreço e a minha eterna gratidão.

Índice

1 – Introdução.....	1
1.I – Ensaio de Materiais à Flexão	8
1.II – Estado da arte	10
1.III – Justificativa do estudo	15
2. Materiais e Métodos	16
2.I – Ensaio de flexão – descrição da máquina	19
2.II – Análise microscópica.....	19
2.III – Análise estatística.....	22
3. Resultados.....	24
3.I – Análise estatística	24
3.II – Análise microscópica.....	30
4 - Discussão	35
5 - Conclusão.....	38
6 – Sugestões de trabalho futuro.....	39
7 - Bibliografia	40
8-Anexos	43
I. Análise estatística para o módulo de resistência à flexão.....	44
II. Análise estatística para o módulo de elasticidade à flexão.....	48
III. Imagens de microscopia electrónica de varrimento das amostras de zircónia.....	52

Índice de imagens

Imagem 1 – Esquema do ensaio de flexão de um provete simplesmente apoiado.	9
Imagem 2 – Esquema representativo da dimensão das amostras.	16
Imagem 3 – Representação do processo digital (CAD) de elaboração do provete ensaio. A, B – elaboração da peça pretendida; C,D – estudo da colocação do provete no cubo de zircónia. E,F – imagens do processo de fresagem (CAM) dos provetes ensaio.....	17
Imagem 4 - Imagens máquina testes universal.....	19
Imagem 5 – Esquema representativo de um microscópio eletrónico de varrimento.	22
Imagem 6 - Visão topográfica com menor ampliação superfície de fractura.....	30
Imagem 7 - Descolamento camadas devido a forças “arrastamento” durante fractura.	31
Imagem 8 - Aglomerado devido às forças compressivas, com diferentes ampliações.....	31
Imagem 9 - Estiramento devido ao arrastar partículas zircónia durante a fratura.	31
Imagem 10 – Representação dos resultados obtidos pela análise química das amostras do G1.....	32
Imagem 11 – Representação dos resultados obtidos pela análise química das amostras do G2.....	33
Imagem 12 - Representação dos resultados obtidos pela análise química das amostras do G3.....	34

Índice de tabelas

Tabela 1 – Resultados dos estudos relacionados com fracturas em zircónia.	7
Tabela 2 – Tabela dos valores de sinterização da Sirona – InCoris Zi.	18
Tabela 3 – Tabela dos valores de sinterização da Vita Inceram System.	188
Tabela 4 – Tabela dos valores de sinterização da Ivoclar e.max ZirCad.	188
Tabela 5 – Representação da distribuição da amostra utilizada por grupo	23
Tabela 6 – Módulo de resistência à Flexão dentro de cada grupo analisado.	25
Tabela 7 – Módulo elasticidade à flexão dentro cada grupo analisado.....	26
Tabela 8 – Valores obtidos no teste Tuckey.....	27
Tabela 9 – Valores obtidos no teste tamhane.....	28
Tabela 10 – Módulo Flexão.....	44
Tabela 11 –	44
Tabela 12 –	45
Tabela 13 –	45
Tabela 14 –.....	45

Índice de Gráficos

Gráfico 1 – Módulo flexão dos provetes testados.....	29
---	----

Resumo

A estética e a tentativa de replicar o natural é nos dias que correm o objectivo primordial da medicina dentária. A busca incessante por esses tipos de materiais tem-nos proporcionado materiais bastantes interessantes, de como é o caso da evolução das cerâmicas dentárias. O metal tem vindo a ser substituído por sistemas totalmente cerâmicos. As propriedades físicas das cerâmicas dentárias há muito são apreciadas, com sua natureza vítrea e cristalina (núcleos cristalinos), elas apresentam interação de reflexão óptica elaborada, muito semelhante às estruturas dentárias. Graças à sua inércia química característica, suas propriedades de solubilidade e corrosão são bastante adequadas, além de constituírem excelentes isolantes, com baixa condutividade e difusividade térmica e elétrica, possibilitando a construção de restaurações com estética elevada.

A zircónia (ZrO₂) tem mostrado grande destaque entre as cerâmicas. É organizado em três fases cristalográficas: monoclinica, tetragonal e cúbica, e essa organização é variável consoante a temperatura a que é sujeita. Apresenta elevada resistência, comparável com o metal e excelentes propriedades ópticas.

O enorme sucesso da zircónia fez com que surgissem no mercado dentário diversos fabricantes a produzir este material.

Assim, este trabalho tem por objectivo fazer a comparação da resistência à flexão de marcas comerciais de zircónia disponíveis no mercado (Vita In-Ceram YZ , Sirona InCoris Zi e Ivoclar IPS Empress CAD), sujeitando-os às mesmas condições de teste de forma aferir qual o que possui características mais favoráveis à prática clínica.

O trabalho está organizado em três partes; na primeira, é feita uma revisão bibliográfica centrada nos principais características deste material; numa segunda parte, será descrita a metodologia de ensaios; na terceira parte, será feita a interpretação dos resultados tendo por base estudos similares disponíveis nas publicações da especialidade.

Palavras-chave: zircónia; ensaios mecânicos; resistência flexão; módulo elasticidade à flexão

Abstract

The aesthetic and attempt to replicate the natural these days is the primary objective of dentistry. The incessant search for these types of materials has given us plenty of interesting material, as is the case of the evolution of dental ceramics. The metal has been fully substituted systems for ceramic. The physical properties of dental ceramics have long been appreciated, with its glassy and crystalline nature (crystalline core), they have developed optical interaction of reflection, very similar to dental structures. Thanks to its chemical inertness characteristics, its solubility properties and corrosion are quite adequate, as well as being excellent insulators with low conductivity and thermal diffusivity and electrical, allowing the construction of high aesthetic restorations. The zirconia (ZrO_2) has shown great prominence among the ceramics. It is organized into three crystallographic phases: monoclinic, tetragonal and cubic, and this arrangement is variable depending on the temperature at which it is subject. Has a high resistance, comparable to metal and excellent optical properties. The enormous success of zirconia has spurred many manufacturers in the dental market to produce this material. This work aims to make the comparison of the flexural strength of brands of commercially available zirconia (Vita In-Ceram YZ, and Zi Sirona InCoris Ilvoclar IPS Empress CAD), subjecting them to the same test conditions in order to assess which shows characteristics more favorable to clinical practice. The paper is organized into three parts: firstly, it is a literature review focused on the main characteristics of this material, a second part will describe the methodology of testing and in the third part will be the interpretation of results based on similar studies available in specialty publications.

Keywords: zirconia, mechanical tests; flexural strength; flexural elastic modulus

1 - Introdução

Com a Medicina Dentária reabilitadora pretende-se restabelecer a componente funcional da dentição, bem como se mantém a preocupação com a componente estética do tratamento. Esta preocupação é mais evidenciada quando se trata de sectores anteriores, procurando-se um sorriso esteticamente agradável e satisfatório. Existem dois princípios básicos a serem estudados, dentro de uma perspectiva organizada e sistemática:

- criar harmonia com os dentes adjacentes, de acordo com a sua anatomia, agradáveis a si e aos restantes dentes, biologicamente integrados e em harmonia com os tecidos gengivais;
- produzir uma disposição dentária harmoniosa com os lábios e restantes estruturas da face.

Por conseguinte, o desempenho fisiológico dos dentes é o resultado da relação íntima e equilibrada entre os parâmetros biológico, mecânico, funcional e estético.

Na perspectiva de se conseguir um mimetismo dentário o mais perfeito possível, o aspecto estético impõe-se aos materiais dentários usados no dia a dia. As restaurações totalmente de cerâmica têm demonstrado uma alta biocompatibilidade, superior ao metal, bem com um grau estético bastante superior (Kina, 2007). Estas, têm vindo a ser consideradas como material de escolha para execução de coroas totais cerâmicas em sectores anteriores e, em alguns casos, posteriores, já que apresenta uma resistência semelhante ao metal e estética semelhante ao dente.

A zircónia (designação comum de dióxido de zircónio, ZrO_2) parece ser uma das melhores alternativa às estruturas metálicas. Sendo um sistema totalmente cerâmico, possui maiores propriedades estéticas, para além de ser caracterizada por melhores propriedades físicas, em particular de resistência à fractura e desgaste (Bottino, Quintas, Miyashita e Giannini, 2001).

A zircónia é um material que possui propriedades muito similares com os metais, como a sua resistência, porém o aspecto estético é muito superior, uma vez que a sua

cor é muito semelhante ao do dente natural. Este material é organizado em diferentes formas cristalográficas:

- monoclinico – estado da zircónia à temperatura ambiente;
- tetragonal – estado da zircónia acima dos 1170°C;
- cúbica – estado da zircónia acima dos 2370°C.

A transição entre fases é um processo complexo designado por transformação alotrópica, acompanhado por alterações de volume, o que poderá provocar transformação da estrutura cristalográfica se o arrefecimento/aquecimento for rápido e não uniforme (Denry & Kelly, 2008).

Ao juntar dióxido de zircónio com outros óxidos metálicos, como por exemplo óxido de magnésio, óxido cálcio ou óxido ítrio, consegue-se obter estabilização da sua fase cúbica, produzindo um material multifásico à temperatura ambiente (Vagkopoulou, Koutayas, Koidis & Strub, 2009).

Embora existam disponíveis vários tipos de sistemas de cerâmicas que contêm zircónia, somente três são usados em medicina dentária: zircónia cristalina ítrio-tetragonal (3Y-TZP), zircónia estabilizada com óxido de magnésio (Mg-PSZ) e zircónia infiltrada com alumina (ZTA) (Hannink, Kelly & Moddle, 2000).

Zircónia estabilizada com ítrio, também chamada de zircónia tetragonal policristalina (TZP) é a associação mais estudada até hoje. Cada transição entre as fases cristalinas devem-se a forças na superfície da zircónia, o que provoca alterações volumétricas a nível dos cristais no local que esteve sujeito a tensão. Esta situação leva então a uma transição da fase tetragonal (fase T) para uma fase monoclinica (fase M). A modificação cristalina é seguida de expansão, que faz com que haja um selamento da zona de fissura. Esta particularidade da zircónia deve-se a uma propriedade física chamada dureza transformacional (*transformational toughening*). Através da adição ao óxido de ítrio, o zircónio pode transformar-se numa estrutura tetragonal à temperatura ambiente. Quando uma fonte de energia externa, como a carga na ponta de uma fissura, é aplicada ao material, leva a uma instantânea transformação da estrutura na fase monoclinica (Suttor, 2004). Esta forma monoclinica é cerca de 4% maior em volume que a forma tetragonal.

Microscopicamente, esta expansão na transformação age como no isolamento da fissura, inibindo a sua propagação. Este processo de resistência activa do crescimento da

fissura é de maior importância em situações de fadiga, como aquelas causadas por forças de mastigação sobre a restauração (Suttor, 2004).

Por conseguinte, o Y-TZP é a combinação que apresenta melhores propriedades mecânicas em relação a outras combinações, que podem ter importância para aplicações biomédicas, especialmente em medicina dentária (Denry & Kelly, 2008), tais como baixa porosidade, elevada densidade, elevada flexibilidade e resistência à compressão.

A sinterização pode ser descrita como um processo complexo no qual, pós cristalinos ou não, compactados, são tratados termicamente, numa temperatura abaixo da sua temperatura de fusão, envolvendo uma mudança na microestrutura desse material, por meio de um ou mais mecanismos de transporte, concorrentes ou consecutivos, para se obter um único sólido coerente. As reações que ocorrem na sinterização no estado sólido são termicamente ativadas e algumas dessas reações ocorrem espontaneamente quando uma temperatura particular é atingida. Por sua vez, outras reações ocorrem lentamente num amplo intervalo de temperatura e somente entre as partículas em contato. Nesse caso, não só a temperatura, como também o tamanho da partícula e a área de contato entre elas são muito importantes. Esta importância encontra-se relacionada com o fato da tenacidade da fratura aumentar em forma de curva R com o aumento da temperatura, bem como com a precipitação das partículas, que diminuí a tensão para indução da transformação da fase tetragonal para monocíclica, aumentando o tamanho da zona de transformação.

A utilização da zircónia para alguns tipos de próteses e aplicações biomédicas já é antiga, sendo que a sua aplicação remota a 1969. Porém, a sua aplicação na medicina dentária, é relativamente recente, surgindo como uma mais valia às reabilitações antes realizadas com metal (metalo-cerâmicas).

Por tudo isto, A zircónia ocupa um lugar singular entre as cerâmicas à base de óxidos em consequência das suas ótimas propriedades mecânicas e químicas, características que justificam os vários trabalhos de investigação desde a descoberta da capacidade endurecedora da zircónia nos anos 70 do século XX (Garvie, Hannink & Pascoe, 1975).

Desde 1990 que têm vindo a ser realizados testes *in vitro* com a zircónia, de forma a compreender o seu comportamento celular e que foram confirmando a ausência de toxicidade deste material.

Outro aspecto muito importante para a utilização da zircónia na medicina dentária, prende-se com os baixos níveis de infeção bacteriana, quando comparados com estruturas metálicas, nomeadamente o titânio. Estes resultados foram também confirmados através de um estudo sobre tecidos gengivais à volta de tampas de cicatrização de implantes dentários, que comparava tampas em zircônia, face a tampas de titânio. Nas peças em titânio foi possível verificar infiltrados inflamatórios, densidade microvascular e fatores vasculo-endoteliais, encontrados em maior quantidade. Os níveis de produtos bacterianos medidos através de NOS (enzima que permite a síntese óxido nítrico), foram também mais elevados neste material. A zircónia consegue também regular a expressão de alguns genes, através de um mecanismo de auto-regulação que permite modificar o ciclo celular da matriz extracelular.

A zircónia apresenta características semelhantes aos metais. Além da sua resistência comparável, como anteriormente referido, este material apresenta resistência à tração na ordem de valores compreendidos entre 900 Mpa e os 1200 MPa, enquanto a resistência à compressão é estimada à volta dos 2000 MPa. Segundo Cales et al. (1994), são necessários 50 biliões de ciclos para fracturar uma coroa, enquanto que para uma força de 90 Kn apenas são necessários 15 ciclos.

Por outro lado, a biocompatibilidade e resistência foram alvo de vários estudos, relacionados com implantes produzidos em zircônia. Sennerby et al.(2005) testou a osteointegração e torque de remoção em implantes de zircônia pura, de titânio e zircônia com superfície modificada, e concluiu que apesar da osteointegração ser semelhante, o torque de remoção foi inferior no implante de zircônia pura, o que sugere que este material, com algumas modificações de superfície, assemelha-se aos implantes de titânio.

A confecção das estruturas de zircónia para o uso em reabilitação oral, é executada através de meios computadorizados para o seu desenho e fabrico, o que usualmente se intitula de CAD/CAM (computer aided design; computer aided manufacturing) de forma a produzir estruturas perfeitamente ajustáveis aos remanescentes dentários ou implantes. Os sistemas CAD/CAM vieram então permitir a utilização de certos materiais nesta área, que de outra forma não seria possível, sendo que um dos exemplos mais importantes é a Y-TZP. A produção deste tipo de estrutura implica uma grande precisão em todos os passos da sua elaboração, quer por parte do

clínico, quer por parte do laboratório, pois existem parâmetros que podem ditar o sucesso ou falência de uma estrutura, tais como:

- preparação dentária;
- toma de impressões;
- espessura da estrutura;
- tempos de preparação (ex. sinterização).

A tecnologia CAD/CAM teve o seu início em 1971 com François Duret, sendo o primeiro registo da tecnologia computadorizada na prática da medicina dentária. O sistema CAD/CAM funciona basicamente em três passos (Fuster-Torres, Albalat-Estela, Alcañiz-Raya & Peñarrocha-Diago, 2009):

- digitalização da preparação dentária;
- desenho;
- produção da restauração.

Os sistemas CAD/CAM são compostos por três componentes fundamentais:

- 1) Sistema de captura ou digitalizador para obtenção da informação oral. Para conduzir este processo existem vários sistemas:
 - a. captura intraoral - utiliza um sistema óptico a 3 dimensões para capturar componentes anatómicos; alguns exemplos são o Interférométrie Moire, o Laser scan, ou o Colorcoding (tais como o CEREC e o Evolution 4D);
 - b. captura da anatomia dentária em duplicado, normalmente com recurso a um método de digitalização a laser.
- 2) Sistema CAD para obtenção do desenho geométrico da restauração.
- 3) Sistema CAM para a produção da restauração. Os sistemas CAM utilizam informação assistida por computador para dar forma a um objecto físico, obtendo-se rapidamente um protótipo.

A zircónia comercialmente pode ser apresentada em diversas formas, tais como blocos rectangulares de diferentes tamanhos (mediante a estrutura que se pretende

executar) até com a forma de discos. Como tal, é necessário preparar estas peças para o resultado pretendido. Após a impressão ou scan do dente ou implante, é possível realizar a estrutura de duas diferentes formas, fresar a estrutura após o processo de sinterização ou fresar a estrutura apenas parcialmente sinterizada. Por outro lado, no processo em que a zircónia é fresada antes da sinterização completa, existe uma diminuição da estrutura pretendida na ordem dos 20% após a sinterização, o que torna toda esta técnica mais exigente. A zircónia totalmente sinterizada antes da fresagem é uma estrutura extremamente dura, o que torna a fresagem bastante difícil, podendo acarretar alguns defeitos na estrutura diminuindo as suas propriedades mecânicas, ou seja, a zircónia pós-sinterizada apresenta melhores propriedades mecânicas.

Posteriormente à fresagem, a estrutura vai a um forno para a sinterização final. Durante este processo ocorre uma uniforme e precisa contração, que já havia sido anteriormente compensada, sendo criado um macromodelo com o aumento de tamanho mais ou menos igual à contração da cerâmica. As principais desvantagens da tecnologia CAD/CAM são:

- a necessidade de equipamento de alto custo;
- a falta de controlo de processamento computadorizado para ajuste oclusal;
- a sensibilidade técnica do procedimento de captação óptica dos dentes preparados.

Por outro lado, podem ser citadas algumas vantagens, tais como:

- níveis insignificantes de porosidade na subestrutura;
- não há necessidade de moldagem de alguns sistemas;
- tempo reduzido de consulta;
- boa aceitação pelos pacientes (Beuer *et al.*, 2009).

Existem diversos sistemas de preparação zircónia. Um dos sistemas mais utilizado a nível mundial é o sistema de Cad/Cam, já anteriormente visto, e o Cerec (Sirona Dental Systems GmbH, Bensheim, Germany).

O CEREC é um produto de restauração dentária que permite produzir uma restauração cerâmica dentária indiretamente, usando uma variedade de tecnologias assistidas por computador, incluindo fotografia 3D e CAD/CAM. Com o CEREC os dentes podem ser restaurados numa única consulta com o paciente, ou seja, os modelos

tradicionais normalmente exigem a confecção de uma coroa provisória e, em seguida, o paciente tem de voltar ao consultório para a colocação da coroa definitiva, após a recepção do laboratório. Além disso, com as últimas atualizações de software e hardware, coroas, facetas, pode ser preparadas, utilizando diferentes tipos de material cerâmico.

Os sistemas de Cad/Cam foram introduzidos no mercado dentário em 1987, sendo desenvolvido como uma alternativa às cerâmicas prensadas e refratárias. No início, este tipo de cerâmica foi caracterizada como tendo ajuste insuficiente, e no aspecto estético também não seriam o ideal. Entretanto, em 2003, o sistema recebeu software de imagem 3D que permitiu um design mais eficiente das restaurações. Desta forma o utilizador tem a vantagem de trabalhar com um sistema computurizado da imagem em detalhe de um dente completo em 360°. Pode-se, ainda, modificar e manipular a restauração a partir de qualquer ângulo ou posição. As restaurações preparadas desta formas têm demonstrado excelente adaptação, resistência e longevidade.

Apesar das suas excelentes qualidades, a zircónia apresenta ainda um problema frequente que é intitulado de “chipping”, ou seja, uma fractura na zona de união entre a zircónia e a cerâmica, que é aplicada sobre esta. Numa investigação em que comparou diferentes cerâmicas de zircónia, este problema foi detetado em 15,2% dos casos, após 35 meses de *follow-up*. Noutro estudo com os mesmos tipos de cerâmica zircónia, o “chipping” foi detectado em 13% dos casos após 37 meses de *follow-up*. Num terceiro estudo ainda, este fenómeno ocorreu em 15% em 2 anos.

Tabela 1 – Resultados dos estudos relacionados com fracturas em zircónia.

Estudo	Incidência	Follow-up	Tipo zircónia
Steyern <i>et al.</i>	15%	24 meses	Dc-Zirkon
Sailer <i>et al.</i>	13%	37.2 meses	DCM
Sailer <i>et al.</i>	15.2%	35.1 meses	DCM
Raigrodski <i>et al.</i>	25%	31.2 meses	LAVA
Tinschert <i>et al.</i>	6%	37 meses	Dc-Zirkon

Segundo estes estudos, este problema é atribuído à baixa força de adesão entre as cerâmicas e a estrutura de zircónia, sendo que os autores dos mesmos concluem que os

tipos de cerâmicas disponíveis possuem insuficientes propriedades mecânicas. Este problema deve-se essencialmente à dificuldade de obtenção de uma adesão adequada, quer a substratos sintéticos quer a tecidos vivos.

As técnicas de adesão, tradicionalmente utilizadas com cerâmicas de sílica, não são tão bem sucedidas com os materiais de zircónia. Thompson, Stoner, Piascik & Smith, (2011) fazem uma revisão dos processos de adesão-cimentação e atualmente estão a ser desenvolvidas diferentes tecnologias baseadas, na sua maioria, na modificação da superfície da cerâmica. A capacidade de haver adesão química à superfície da zircónia parece ser um fator crítico no processo adesivo (Thompson *et al.*, 2011).

Tendo como base todos os parâmetros de estética e nas propriedades mecânicas, o que se pretende é uma harmonia oral o mais natural possível. Várias marcas têm apostado no "metal branco", ou seja na zircónia, como subestrutura para peças protéticas unitárias, pontes e mesmo estruturas completas.

1-I – Ensaio de Materiais à Flexão

São ensaios que consistem na aplicação de uma carga de força crescente em determinados pontos de uma barra geometricamente padronizada. A carga aplicada parte de um valor inicial igual à zero e aumenta lentamente até a ruptura do corpo de prova. É um ensaio aplicado em materiais frágeis como cerâmicos e metais duros, ferro fundido, aço ferramenta e aço rápido, pois fornece dados quantitativos da deformação desses materiais.

Existem vários tipos de ensaio à flexão, tais como: ensaio de flexão em três pontos quando é utilizada uma barra apoiada em dois pontos com aplicação de carga no centro da distância entre os apoios, ou seja, existe três pontos de carga. O outro tipo de ensaio é o de flexão em quatro pontos, e consiste numa barra bi apoiada com aplicação de carga em dois pontos equidistante dos apoios .

Os principais resultados dos ensaios são: módulo de ruptura na flexão, módulo de elasticidade, módulo de resiliência e módulo de tenacidade.

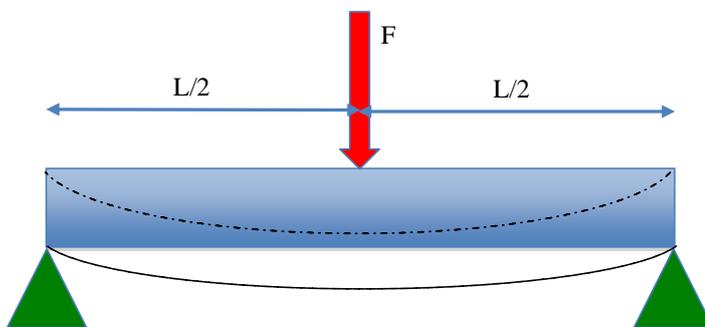
Os resultados fornecidos podem variar com a temperatura, a velocidade de aplicação da carga, os defeitos superficiais e principalmente com a geometria da seção transversal da amostra

Nas máquinas de ensaio de flexão, os apoios sobre os quais descansa o corpo de prova são, na maioria das vezes, roliços com possibilidade de rotação, o que ajuda na diminuição da fricção ou do atrito do corpo de prova e os suportes. A carga de flexão deve ser aplicada lentamente.

Na determinação das propriedades relacionadas à resistência dos materiais cerâmicos, é mais usual a utilização do ensaio de flexão em vez do ensaio de tração. No caso da madeira, o ensaio de flexão é realizado utilizando-se dois pontos de aplicação de carga. Como a resistência da madeira em condições de compressão ao longo das fibras é muito menor que as condições de tração, o processo de fratura completa começa na zona comprimida, na forma de ondulações. A fratura completa ocorre na zona tracionada e consiste na ruptura ou clivagem das fibras externa e na consequência fratura final.

O ensaio de flexão é realizado, em materiais frágeis e em materiais resistentes que são sujeitos durante o seu uso a situações onde o principal esforço é o de flexão. Consiste então na aplicação de uma carga crescente em determinados pontos de uma barra geometricamente padronizada. A carga aplicada parte de um valor inicial igual a zero e aumenta lentamente até ruptura do provete. Neste trabalho utilizamos ensaio flexão em três pontos que consiste em apoiar uma barra em dois pontos com a aplicação da carga em dois pontos equidistantes dos apoios (imagem 3).

Imagem 1 – Esquema do ensaio de flexão de 3 pontos, de um provete simplesmente apoiado.



O produto da força pela distância do ponto de aplicação da força ao ponto de apoio chama-se *módulo*, que neste caso chama-se módulo de flexão (σ). Neste tipo de ensaio a força é sempre aplicada na região média do provete de prova e distribui-se uniformemente no resto do provete. Devido a isso se considera para calcular o módulo de flexão a metade da força e do comprimento. A fórmula para calcular o módulo de flexão é a seguinte:

$$\sigma(\text{MPa}) = \frac{3Fl}{2bd^2} \quad (1)$$

O valor obtido varia conforme o material seja dúctil ou frágil.

Outras propriedades que podem ser avaliadas no ensaio a flexão máxima e o módulo de elasticidade.

A fórmula para o cálculo da flexão máxima é a seguinte:

$$f = \frac{1}{48} \times \frac{FL^3}{EJ} \quad (2)$$

Dessa forma pode-se calcular o módulo de elasticidade:

$$E = \text{declive} \frac{L}{4Bd^3} \quad (3)$$

1-II – Estado da arte

Atualmente, a investigação na área dentária está direcionada para a utilização de materiais sem metal, isto é, de materiais que se assemelhem o mais possível às estruturas dentárias. Procura-se então um aspecto natural dos tecidos moles em contacto com peças protéticas, sendo então influenciado por dois factores: biótipo gengival e material reabilitador (Conceição, 2005).

As restaurações “livres de metal” permitem preservar a cor dos tecidos moles semelhante à cor natural, em comparação a restaurações metalo-cerâmicas. Muitas cerâmicas como a alumina e cerâmica reforçada com dissilicato de lítio, têm sido propostas para a construção deste tipo de restaurações. Estes materiais têm indicações precisas para próteses parciais fixas. Luthy, Sharer e Gaukler (1993) mediu as capacidades médias de resistência à fractura de 518 N para restaurações de alumina, 282 N para restaurações de dissilicato de lítio, e 755 N para zircónia. Raigrodski et al (2006) analisou diferentes sistemas de cerâmica pura e concluiu que as cerâmicas reforçadas só podem ser usadas para substituir dentes anteriores com uma única restauração de coroa ou no máximo com três coroas. Por outro lado, as restaurações de zircónia têm um campo de aplicação mais amplo. Outras tecnologias de cerâmica só permitem a construção de estruturas para dentes anteriores devido às cargas exercidas durante a mastigação. Pelo contrário, a zircónia também pode ser usada em molares. Tinschert et al (2007) comparou a longevidade de várias cerâmicas puras e relatou que Zr-cerâmica com óxido de alumina obtiveram melhores resultados (resistência e estabilidade e cor) a longo prazo.

Diversos estudos têm sido feitos em que se comparam estruturas de zircónia. Um desses estudos é o de Butz et al. (2005), em que comparou a resistência à fratura de *abutments* entre estes dois materiais e concluiu que os resultados eram muito idênticos (281 N e 305 N, respectivamente).

Também a vertente de infeção bacteriana tem sido alvo de estudos em implantes com zircónia, e um exemplo disso é o estudo de Al-Radha et al. (2012) que efectua a comparação entre adesão bacteriana entre superfícies do titânio e da zircónia. Neste estudo, as amostras utilizadas foram utilizados discos de titânio e zircónia sujeitos a tratamento de superfície diferentes: zircónia estabilizada parcialmente polida (PZ), titânio vaporizado com zircónia (TBZ), titânio vaporizado com zircónia e de seguida

sujeitas a tratamento ácido (TBZA) e titânio polido utilizado como controlo (PT). A topografia das amostras foi feita através de microscopia electrónica de varrimento. As amostras foram separadamente incubadas com *Streptococcus mitis* e *nigrescens Prevotella*, com ou sem pré-revestimento com saliva humana, durante 6h e a área da superfície coberta pelas bactérias foi calculada a partir de imagens de microscopia de fluorescência. Deste estudo concluiu-se que a zircónia e o titânio vaporizado com zircónia (TBZ) mostraram efeito superior ao material de titânio na redução da adesão das bactérias, especialmente após revestimento com película de saliva. Por outro lado, modificando o titânio com zircónia leva a ter as mesmas propriedades de superfície da zircónia pura na redução de aderência bacteriana.

Um outro estudo com interesse na biocompatibilidade da zircónia, é o trabalho efectuado por Yamano et al. (2011) que investiga a resposta celular dos fibroblastos gengivais humanos (HGFs) aplicados sobre discos de zircónia lisa, zircónia rugosa (Zr) e titânio. Os discos foram preparados de quatro materiais, ou métodos diferentes:

- zircónia lisa (Zr-S);
- zircónia rugosa (Zr-R);
- titânio liso (Ti-S);
- titânio rugoso (Ti-R).

A rugosidade da superfície foi analisada por microscopia de força atómica. Após o cultivo das HGFs, a morfologia das células foi examinada por microscopia electrónica de varrimento, e os níveis de expressão genética de colagénio e integrina foram medidos em tempo real por reacção em cadeia da polimerase. Como resultado deste estudo verificou-se uma proliferação das células significativamente mais rápida na superfície de Zr-S do que nas outras superfícies. Assim os resultados obtidos por este autor indicam que os materiais de superfície e topografias diferentes podem induzir uma morfologia distinta HGF.

Outros autores têm, por outro lado, efectuado estudos de forma a explicar e tentar contornar alguns problemas inerentes à zircónia, nomeadamente em termos de resistência à fractura, fazendo variar alguns factores não só relativos à própria zircónia, bem como a todo protocolo clínico. É o caso do trabalho executado por Aboushelib et al. (2007) que pretende avaliar o efeito da linha terminação do prepare dentário na resistência de coroas de zircónia. Neste trabalho as amostras foram preparadas por um

sistema CAD/CAM, para um incisivo central superior com a espessura de 0,5mm. As linhas de terminação do prepare dentário foram as seguintes: um chanfro completo estreito, um chanfro estreito mas com uma margem lingual, e uma margem completa. As amostras de seguida foram ceramizadas (através de ceramic prensada) e cimentados sobre as réplicas de cotos dentários. Foram efectuados testes de termociclagem e de fadiga até à sua fratura. As amostras fraturadas foram então examinadas com microscópio electrónico de varrimento (MEV). Deste trabalho concluiu-se que a linha de terminação não tem influência na resistência da zircónia.

A zircónia tem vindo a ser estudada para diversas utilizações na medicina dentária, e umas das linhas de aplicação é na confecção de implantes dentários, de forma a substituir o titânio dos mesmos. Como potencial material que é para este tipo de aplicação, Kohal et al (2004), propôs-se a avaliar a resistência deste tipo de implantes. Para tal, utilizou 48 implantes de zircónia divididos em dois grupos, um sem qualquer tipo de preparação e outro com 1mm de preparação de chanfro. Cada um destes grupos foi dividido em três subgrupos de oito implantes cada (1 = sem carga artificial, 2 = carga artificial [98 N; 1,2 milhões de ciclos de carga], e 3 = carga artificial [98 N; 5 milhões de ciclos de carga]). Após a conclusão da carga, a resistência à fratura de cada implante foi determinada utilizando uma máquina de ensaio universal. Deste estudo concluiu-se que a preparação bem como cargas cíclicas podem diminuir a resistência à fratura dos implantes de zircónia. No entanto, até mesmo os valores mais baixos de resistência à fratura média dos implantes utilizados neste estudo parecem suportar forças oclusais médios, mesmo depois de um intervalo prolongado de carregamento artificial.

A zircónia foi também recentemente introduzida para realizar pilares (abutments) para implantes, devido às suas excelentes propriedades mecânicas e de cor branca. No entanto, exige um tratamento cuidadoso para evitar o fracasso. Nesta area, Aboushelib, Kleverlaan e Feilzer (2008) teve como objetivo examinar cinco pilares de zircônia clinicamente fracturados usando fractografia.

As amostras foram limpas, esterilizadas, e re-agrupadas para permitir a reconstrução dos pilares fracturados. Cada fragmento foi revestido a ouro por pulverização catódica e examinados individualmente usando microscopia electrónica de varrimento. A localização da origem da fratura foi identificada e a tensão de ruptura foi estimada usando marcas de fratura observadas nas superfícies fraturadas.

Dos resultados deste estudo verificou-se que em três dos pilares pilares, a fratura foi localizada no anel interno onde os pilares contatam o componente metálico interno. A tensão estimada em nesta região variou entre 978 e 1228 MPa. Foram também verificadas algumas marcas de fricção do parafuso de fixação, o que poderia ser responsável pela geração de altas tensões internas. Dois pilares quebraram devido a excesso de preparação e paredes laterais muito finas.

A aplicação deste tipo material na área dentária já se executa há algum tempo e começamos a encontrar na literatura alguns estudos de follow-up que comprovam a eficiência deste material. Lops et al. (2012) avaliaram a eficácia dependente do tempo clínico de próteses parciais fixas (PPF) anteriores e posteriores em zircónia. Com uma amostra de 28 pacientes que foram controlados anualmente ao longo de um período de 6 anos de acompanhamento (média: 6,5 anos). As taxas de sucesso foram de 88,9%, o que permitiu concluir que próteses fixas com base de zircónia pode ser vistas como alternativas aceitáveis face às tradicionais metal-cerâmicas.

Outro estudo retrospectivo é o efectuado por Tataglia et al. (2011), que fez avaliação dos resultados clínicos de três anos de aplicação deste material (zircónia) na sua prática clínica diária, que constou na colocação de 463 coroas com núcleo zircónia. Este estudo acompanhou 142 pacientes que receberam 248 coroas unitárias e 225 unidades múltiplas de até seis elementos. Foram consideradas neste trabalho todas as situações clínicas tais como fratura e perda de retenção, cárie secundária e integridade marginal. Durante o período acompanhamento, quatro pacientes foram perdidos no estudo (18 coroas, 4% das coroas totais), três próteses de zircónia sofreram fraturas em mais de três unidades (11 coroas), e a taxa de sobrevida cumulativa da prótese foi de 98,2%. Doze unidades perderam retenção e foram re-cimentadas, e nenhuma sofreu de cáries secundárias.

1. III – Justificativa do estudo

Com a evolução da aplicação de próteses de zircônia na medicina dentária, foram surgindo no mercado diversos fabricantes e marcas a produzirem este material para o uso na reabilitação oral. Dos diversos estudos publicados podemos constatar algumas diferenças no desempenho de cada material, que poderão sugerir diferenças no grau de pureza da zircônia, tamanho dos grãos, outros produtos adicionados bem como na estabilização da zircônia. Todas estas variações podem fazer variar os resultados clínicos, tais como, adaptação marginal, translucidez, resistência mecânica e estabilidade a longo prazo.

Dos estudos reportados na literatura, ressalta uma questão importante, é que as propriedades não são aferidas tendo em conta a mesma metodologia de ensaio, pelo que dessa forma não se podem compará-los entre si.

Com este estudo pretende-se comparar três marcas diferentes de zircônia, Sirona, Ivoclar e Vita, relativamente à resistência à flexão e ao respectivo módulo de elasticidade à flexão.

Hipóteses:

H0 - Não há diferenças estatisticamente significativas na resistência à flexão e no módulo de elasticidade à flexão entre as amostras de cada marca.

H1 – A resistência à flexão da vita é superior à Sirona e Ivoclar.

H2 – A resistência à flexão da Sirona é superior à Vita e Ivoclar.

H3 - A resistência à flexão da Ivoclar é superior à Sirona e Vita.

H4 – O módulo de elasticidade à flexão da vita é superior ao da Sirona e Ivoclar.

H5 – O módulo de elasticidade à flexão da Sirona é superior ao Vita e da Ivoclar.

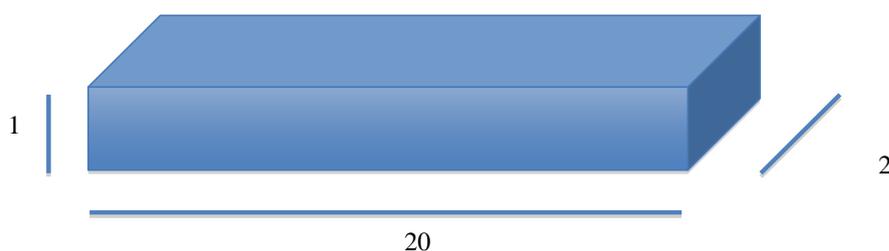
H6 - O módulo de elasticidade à flexão da Ivoclar é superior ao Sirona e da Vita.

H7 – A microestrutura das zircónias são iguais, não apresentam diferenças

2. Materiais e Métodos

Neste trabalho foram utilizadas blocos de zircónia para Cad/Cam das marcas Vita (Vita In-Ceram YZ for InLab), Sirona (Sirona InCoris Zi) e Ivoclar (IPS Empress CAD).

Imagem 2 – Esquema representativo da dimensão das amostras.



De cada bloco foram preparadas 3 amostras de forma rectangular, como demonstrado na imagem 1, com as dimensões de 2x1x2 mm (estas dimensões não correspondem às dimensões da imagem apresentada). As amostras foram agrupadas em 3 grupos consoante a marca que representavam:

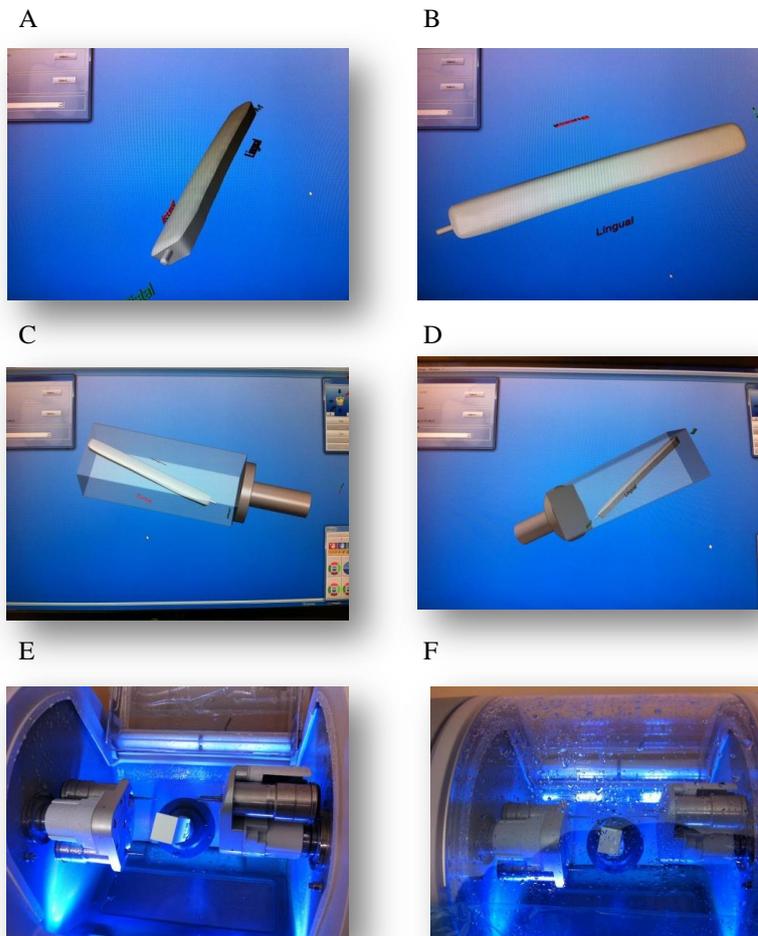
- grupo 1 – G1 – Sirona InCoris Zi;
- grupo 2 – G2 – Ivoclar IPS e.max Zircad;
- grupo 3 – G3 – Vita In-Ceram Yz.

Este agrupamento foi efetuado de forma a evitar erros de parametrização das amostras. Os blocos de zircónia foram preparados através de um sistema Cad/Cam, Cerec (Sirona Dental Systems GmbH, Bensheim, Germany). Este sistema permite a execução fotográfica 3D, mas como forma de uniformizar as amostras, não foi executada recolha a partir de um protótipo, mas sim executada a forma pretendida directamente no sistema CAD (computer-aided-design).

Após o desenho da amostra, cada bloco de zircónia foi colocado na máquina de fresagem, podendo esta parte ser intitulada como CAM (computer-aided-manufacturing). Todos os elementos foram fresados na fase pré-sinterização. Neste

processo as amostras são elaboradas com uma dimensão aumentada em cerca 20%, de forma a ajustar a redução sofrida durante o processo de sinterização (imagem 2).

Imagem 3 – Representação do processo digital (CAD) de elaboração do provete ensaio. A, B – elaboração da peça pretendida; C,D – estudo da colocação do provete no cubo de zircónia. E,F – imagens do processo de fresagem (CAM) dos provetes ensaio.



O processo seguinte é então a sinterização. Este processo de tratamento térmico da zircónia foi elaborado segundo as indicações dos fabricantes. As tabelas 2, 3 e 4 demonstram as fases desses processos segundo os fabricantes:

Tabela 2 – Tabela dos valores de sinterização da Sirona – InCoris Zi.

Temperatura (inicial 900°C)	°C/Tempo
900°C – 1300°C	2°C/ min.
1300°C – 1540°C	1°/ min.
1540°C	2h
1540°C – 1000°C	2°C/min.

Tabela 3 – Tabela dos valores de sinterização da Vita Inceram System.

Temperatura (inicial 920°C)	°C/Tempo
880°C – 1000°C	3°C/ min.
1000°C – 1180°C	2°/ min.
1180°C	2h
1180°C – 880°C	2°C/min.

Tabela 4 – Tabela dos valores de sinterização da Ivoclar e.max ZirCad.

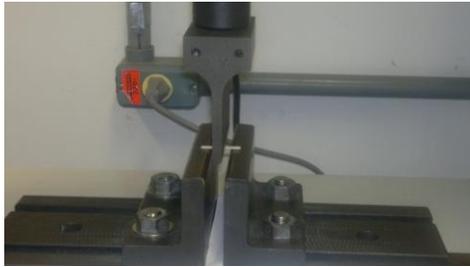
Temperatura (inicial 757°C)	°C/Tempo
757°C – 960°C	4°C/ min.
960°C – 1760°C	1°/ min.
1760°C	2h
1760°C – 757°C	2°C/min.

2.1 – Ensaio de flexão – descrição da máquina

Após sinterização das amostras, estas foram sujeitas a ensaios de resistência à flexão. O ensaio de carga foi efectuado utilizando uma máquina teste universal (Shimadzu, model AG-I) com velocidade 1mm/min até à fratura (imagem 4).

Imagem 4 – Imagens máquina testes universal. A- provete colocado na máquina ensaio; B- ensaio e registo dos valores ensaio.

A



B



2.II – Análise microscópica

O microscópio electrónico de varrimento (MEV) baseia-se na informação recolhida a partir do feixe reflectido. Com este tipo de microscópio o aspecto da superfície da amostra, nomeadamente a sua textura, a forma e o tamanho das partículas, está limitada a alguns nanómetros. É ainda possível determinar qualitativamente a composição química da amostra em áreas com um diâmetro de 1nm. Na imagem 4 está representado esquematicamente o funcionamento deste tipo de microscópio.

No topo está representada a fonte de electrões que produz o feixe monocromático de electrões. Em seguida o feixe passa pelas primeiras lentes que também servem para controlar a corrente do feixe. Ao mesmo tempo, os electrões mais dispersos são eliminados pela abertura do condensador, logo abaixo da lente. As segundas lentes vão produzir um feixe fino e coerente. Depois vai passar por várias bobines até que ao passar a objectiva, o feixe vai ser focado na área da amostra que se pretende analisar. Quando o feixe atinge a amostra, durante alguns micro-segundos, vão ocorrer aí interacções no interior da amostra, que serão detectadas e registadas.

No MEV podemos ver que destas interacções resultam electrões reflectidos, os electrões secundários, os electrões de Auger e raios x.

Os electrões reflectidos aparecem quando um electrão colide com um átomo e é reflectido para trás (180°). A formação deste tipo de electrões varia directamente com o número atómico dos elementos, aparecendo os elementos mais pesados mais brilhantes na amostra, por isso esta interacção serve para diferenciar partes da amostra com diferentes números atómicos.

Os electrões secundários formam-se quando um electrão passa perto de um átomo e perde parte da sua energia, alterando a trajectória do feixe e vai provocar a ionização do electrão do átomo da amostra. É a este electrão que se escapa, com uma energia cinética de 5eV, que se chama de electrão secundário. Estes electrões servem para dar informações topográficas até uma profundidade inferior a 10 nm.

Os electrões de Auger formam-se quando um electrão secundário se escapa de um átomo (em geral da camada K), havendo por isso uma lacuna que pode ser preenchida por um outro electrão de mais alta energia. Para esta diferença de energia vai ser emitido um electrão, das camadas exteriores de mais baixa energia, designando-se por electrão de Auger. Cada electrão Auger vai ter uma energia que é característica de cada

elemento químico, sendo por isso utilizados para caracterizar a composição química da amostra. No entanto, como este tipo de electrões tem baixa energia, eles só são emitidos até uma profundidade inferior a 30 Å.

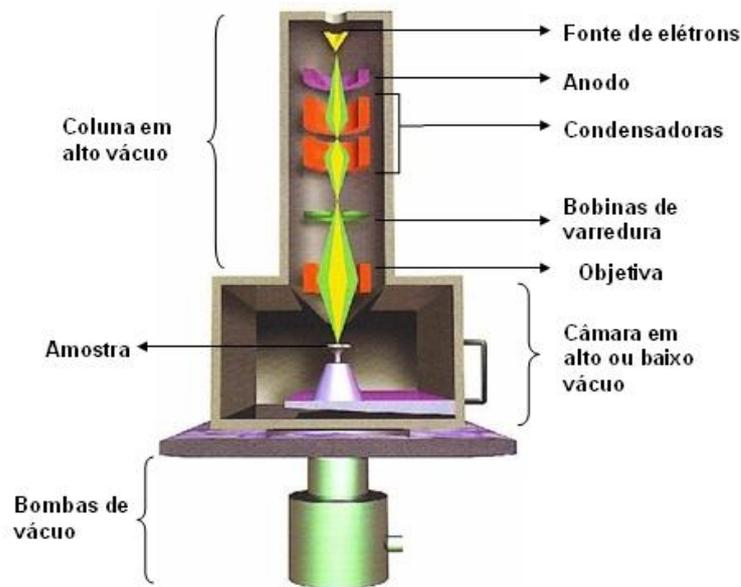
Quando um electrão de alta energia vai preencher a lacuna, aquando da formação dos electrões secundários, vai haver emissão de radiação, que em geral são raios x.

O volume para o qual ocorrem estas interacções vai depender do número atómico da substância, uma vez que elementos de números atómicos mais altos absorvem mais electrões e por isso este volume será menor. Vai também depender da voltagem utilizada para a formação do feixe (quanto maior for, maior será o volume de interacção) e o ângulo de incidência do feixe na amostra, que quanto maior for, menor será o volume analisado.

Todas as amostras foram fixadas numa base, numa posição vertical. A fixação foi executada com *Uraldyl*, devido à sua capacidade de manter as suas características de fixação em ambientes sujeitos a vácuo, já que é uma cola de carbono que permite a passagem de electrões, para que não haja concentração deles que leva ao aparecimento de pontos brilhantes na imagem, que na realidade não corresponde nenhuma imagem com relação à peça em estudo.

Após a fixação, as amostras foram revestidas a ouro. De todas as amostras obtidas nos testes de resistência e fadiga, foram montadas 3 amostras de cada marca. Para esta análise foi utilizado um microscópio electrónico de varrimento e microanálise por raio x (JEOL JSM 6301F / Oxford INCA Energy 350) e obtidas imagens das zonas de fractura com ampliações de 35x, 150x, 1000x e 5000x. Através deste microscópio fizemos simultaneamente uma análise química de cada amostra.

Imagem 5 – Esquema representativo de um microscópio eletrónico de varrimento.



Fonte: <http://internetparatodos.blogs.sapo.pt/142930.html>, consultado a 15/5/2012.

2.III – Análise estatística

Foi realizada uma análise de variância (ANOVA) a um factor, tendo-se verificado a homogeneidade e a normalidade através dos testes de Tukey (na medida que permite comparações múltiplas). Foi utilizado um nível de significância de 5% ($p= 0.05$), tendo todo o tratamento estatístico sido realizado no programa Statistical for Social Sciences (SPSS®) versão 16.0.

As variáveis categóricas foram descritas através de frequências absolutas (n) e relativas (%). A variável contínua, que avalia a resistência à flexão, foi descrita utilizando média e desvio padrão.

Tabela 5 – Representação da distribuição da amostra utilizada por grupo (n= 12).

Grupo	Marca	N	(%)
G1	Sirona InCoris Zi	6	50
G2	Ivoclar IPS e.max Zircad	3	25
G3	Vita In-Ceram Yz	3	25

O teste de Tukey foi utilizado para testar as hipóteses relativas à comparação das médias entre os três grupos sujeitos ao ensaio flexão e entre os elementos de cada grupo.

3. Resultados

3.1 - Análise estatística

Após a síntese das placas, de acordo com as instruções dos respectivos fabricantes, as placas de zicórnia foram analisadas relativamente à sua resistência.

Na tabela 6 são apresentados os valores médios obtidos dos módulos de resistência à flexão, bem como os respectivos desvios padrão, para os três grupos estudados.

Pela análise da tabela 6 verificamos uma desigualdade da amostra entre os grupos. No G1 verificamos uma amostra de 6 placas, enquanto em G2 e G3 a amostra é constituída apenas por 3 placas. Pela análise da tabela 1 é possível verificar diferenças na média do módulo de flexão entre os diferentes grupos, sendo que G1 é o grupo com um módulo de flexão mais elevado e G3 com o mais baixo.

Não obstante, mesmo dentro de cada grupo verificam-se diferenças nos valores obtidos para o módulo de flexão (tabela 7). Podemos verificar que para G1 mais elevado o valor mais elevado é de 2076,96 N/mm² e o valor mais baixo é de 1414,00 N/mm². Já para G2 o valor do Módulo Flexão mais elevado é 1633,84 N/mm² e o valor mais baixo é 1564,16 N/mm², enquanto para G3 o valor mais elevado é de 1508,52 N/mm² e o mais baixo é 1299,14 N/mm²

Tabela 6 – Módulo de resistência à Flexão (N/mm²) dentro de cada grupo analisado.

Grupo	Tipo zircónia	Módulo Resistência Flexão (N/mm ²)
G1	1	1780,8864
G1	1	1775,7164
G1	1	1872,3672
G1	1	1413,995
G1	1	1168,8336
G1	1	2076,9582
G2	2	1606,46
G2	2	1564,16
G2	2	1633,8422
G3	3	1299,1364
G3	3	1314,1764
G3	3	1508,5214

Pela análise da tabela 7 é possível verificar que o grupo com maior intervalo entre os valores do módulo flexão é o G1, enquanto o intervalo menor entre os valores mais elevados e baixos é verificado em G2. Dados que podem ser também comprovados pela análise do gráfico 1.

Tabela 7 – Módulo Elasticidade à Flexão (N/mm²) dentro de cada grupo analisado.

Grupo	Tipo zircónia	Declives	Módulo Elasticidade Flexão (N/mm ²)
G1	1	905,32	2263,3
G1	1	931,13	2327,825
G1	1	880,83	2202,075
G1	1	1014,5	2536,25
G1	1	963,19	2407,975
G1	1	1019,4	2548,5
G2	2	1058,1	2645,25
G2	2	1139,4	2848,5
G2	2	898,68	2246,7
G3	3	1012,1	2530,25
G3	3	894,99	2237,475
G3	3	1076,2	2690,5

Pela análise da tabela 8 é possível conferir a homogeneidade entre as amostras.

De modo a verificar a veracidade das hipóteses, relacionadas com a comparação dos resultados entre os três grupos, foi aplicado o teste de Tukey, sendo os seus valores apresentados na tabela 9, e o teste de Tamhane apresentado na tabela 10.

Pela análise da tabela 3 podemos verificar que não existe diferença significativa entre os valores do módulo de flexão entre todos os grupos entre si ($p > 0,05$).

[L1] Comentário: As tabelas a seguir tinha-te falado em passar para os anexos! E não te esqueças que há duas análises estatísticas, uma para o módulo de resistência e outra para o módulo de elasticidade, ambas à flexão. Vê com cuidado como “organizei” os anexos!

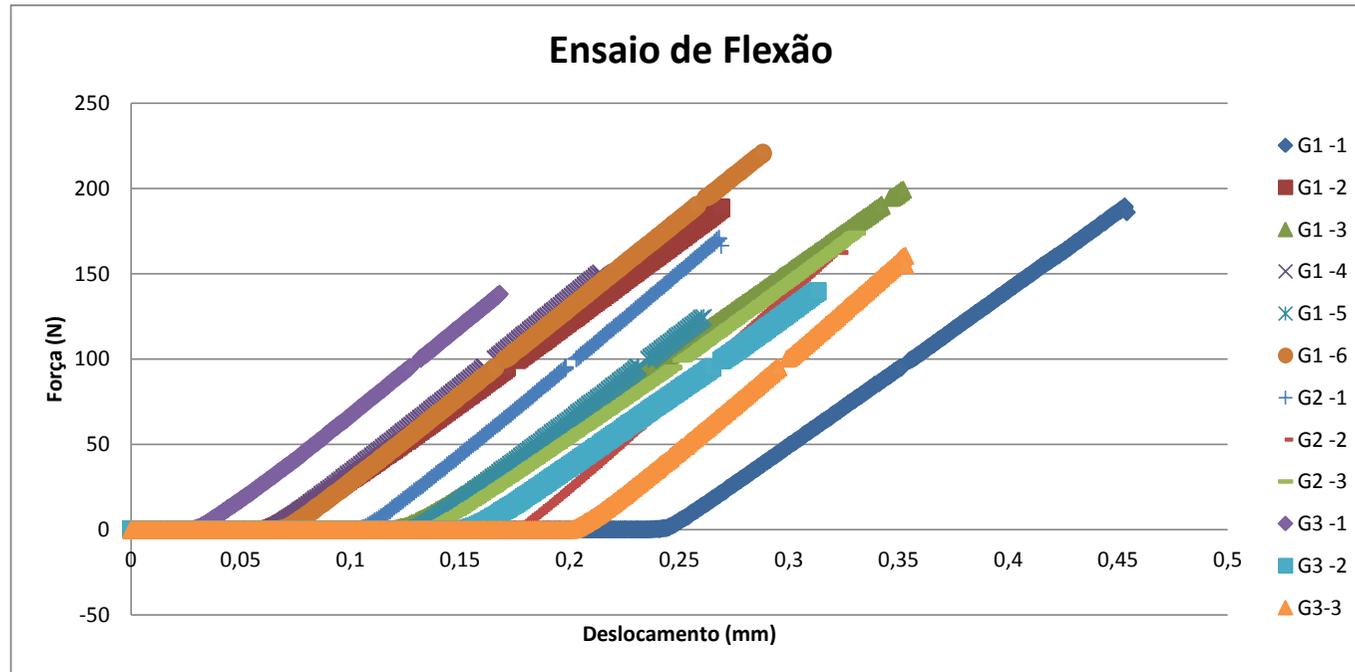
Tabela 8 – Valores obtidos no teste de Tukey para os diferentes grupos

	(I) Tipo zircónia	(J) Tipo zircónia	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Tukey HSD	1	2	79,9720667	178,8391471	,897	-419,347838	579,291971
		3	307,5147333	178,8391471	,250	-191,805171	806,834638
	2	1	-79,9720667	178,8391471	,897	-579,291971	419,347838
		3	227,5426667	206,5056594	,537	-349,022296	804,107629
	3	1	-307,5147333	178,8391471	,250	-806,834638	191,805171
		2	-227,5426667	206,5056594	,537	-804,107629	349,022296

Tabela 9 – Valores obtidos no teste de Tamhane para os diferentes grupos

	(I) Tipo Zircónia	(J) Tipo Zirconia	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Tamhane	1	2	-199,16250	186,08015	,760	-1293,6718	895,3468
		3	-105,08750	144,83282	,892	-847,4284	637,2534
	2	1	199,16250	186,08015	,760	-895,3468	1293,6718
		3	94,07500	220,97572	,971	-817,6901	1005,8401
	3	1	105,08750	144,83282	,892	-637,2534	847,4284
		2	-94,07500	220,97572	,971	-1005,8401	817,6901

Gráfico 1 – Ensaio de flexão dos provetes testados



3. I - Análise microscópica

A microscopia eletrônica de varrimento (MEV) foi realizada no aparelho X, com uma voltagem de X, de onde se obteve microfotografias com diferentes ampliações, como ilustram as imagens de seguida apresentadas (imagem 5, 6, 7 e 8).

Nas imagens obtidos por MEV observa-se, com uma ampliação menor (imagem 5) alguma desorganização à superfície das placas, sendo que em ampliações maiores verifica-se um aglomeramento das partículas de zircónia à superfície devido às forças de compressão, como evidenciam as imagens 6, 7 e 8.

Imagem 6 - Visão topográfica com menor ampliação superfície de fractura.

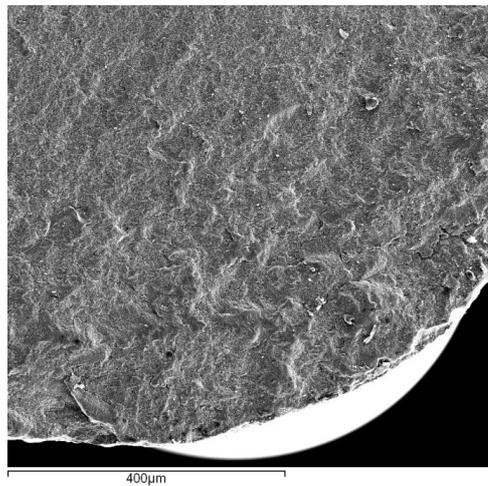


Imagem 7 - Descolamento camadas devido a forças “arrastamento” durante fractura.

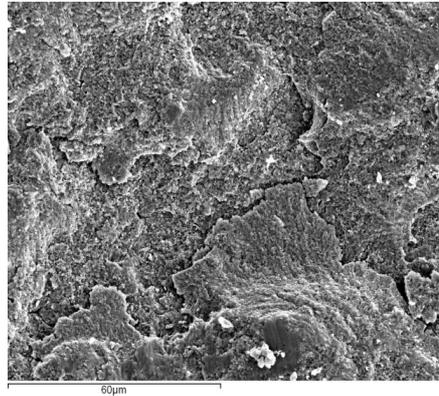


Imagem 8 - Aglomerado devido às forças compressivas, com diferentes ampliações.

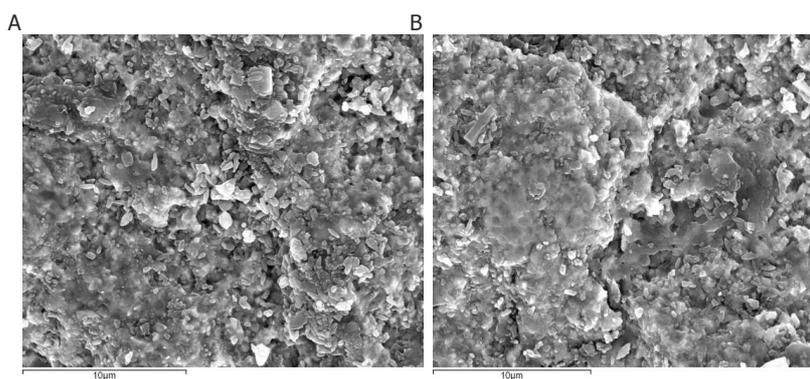
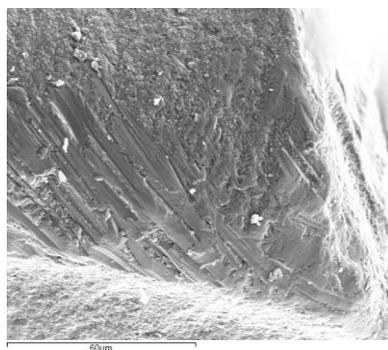


Imagem 9 - Estiramento devido ao arrastar partículas zircónia durante a fratura.



Ao mesmo tempo que foi efectuada a observação microscópica das amostras, foi, também efectuada a análise química de uma amostra de cada grupo, sendo o resultado desta análise apresentado na imagem 9, imagem 10 e imagem 11.

Imagem 10 – Representação dos resultados obtidos pela análise química das amostras do G1.

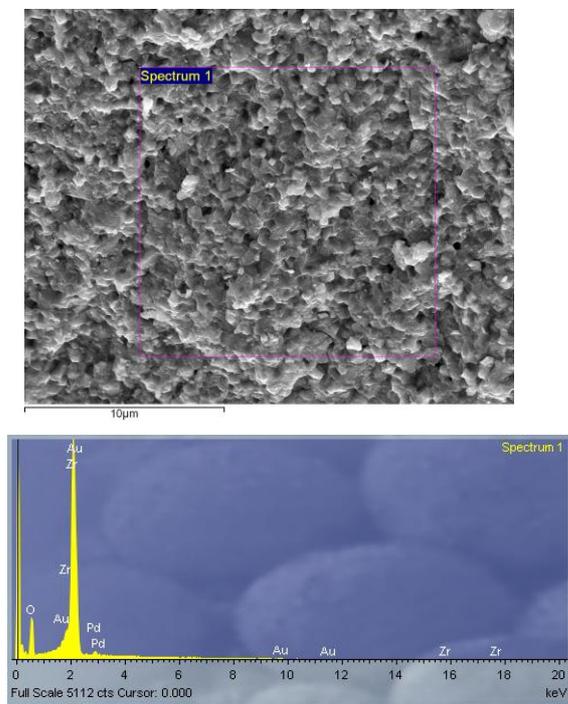


Imagem 11 – Representação dos resultados obtidos pela análise química das amostras do G2

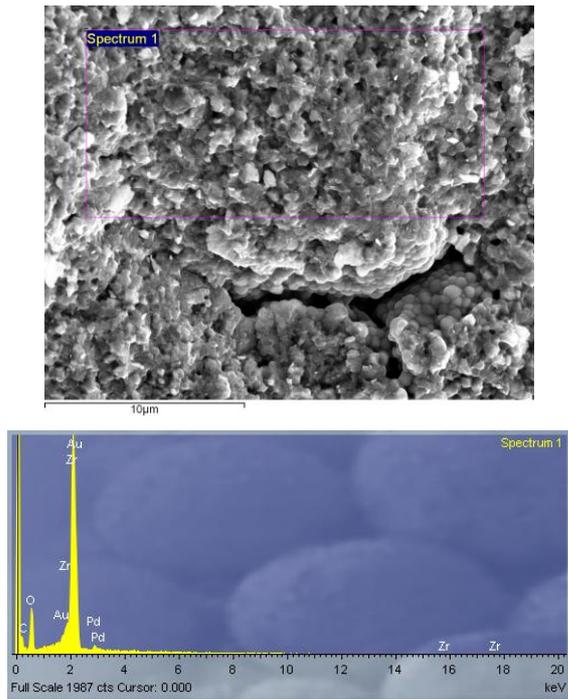
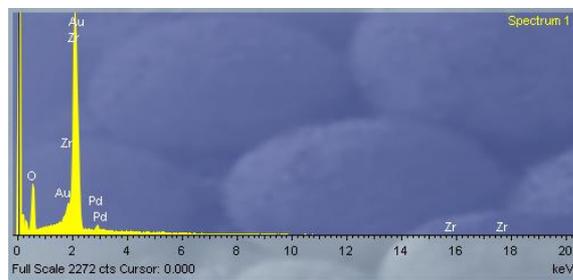
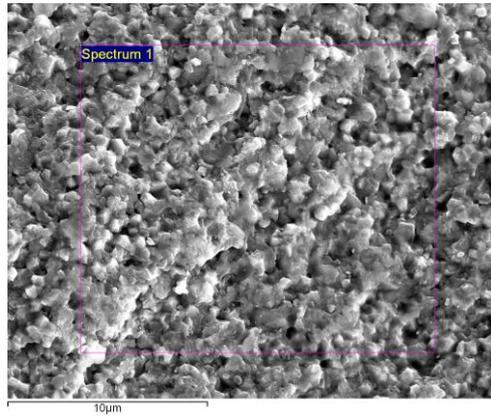


Imagem 12 – Representação dos resultados obtidos pela análise química das amostras do G3



Pela análise das imagens 9, 10 e 11 verifica-se que as amostras analisadas quimicamente são idênticas em termos de composição entre as diferentes marcas.

4 - Discussão

Devido à discrepância entre a metodologia de sinterização da zircónia por parte das empresas fornecedoras da zircónia, e pela variedade de empresas, surge a necessidade de verificar se existem, de facto diferenças significativas entre o material comercializado pelas mesmas. Por conseguinte, pretende-se com este estudo analisar de zircónia comercializadas por três diferentes marcas de zircónia, possibilitando o estabelecimento de diferenças entre si, relativamente à sua resistência à flexão.

A zircónia é considerada um excelente material para a sua utilização em próteses dentárias pela sua elevada rigidez e resistência, além da sua melhor componente estética.

A análise microscópica, por microscopia de varrimento, permite inferir os reais danos verificados na placa de zircónia quando em situações de pressão, como o teste de flexão. Assim, com a análise das imagens obtidas pelo MEV pode-se verificar a real resistência das placas à pressão, isto é, a sua resistência à flexão, e o que ocorre na sua superfície.

Pela análise das imagens obtidas no decorrer deste estudo (imagem 5 a 8) pode-se verificar que os resultados microscópicos para o teste de resistência á flexão são idênticos em todos os grupos estudados. Por conseguinte, em todos eles verifica-se uma desorganização á superfície das placas (imagem 5) quando analisadas as placas a uma ampliação menor. Quando analisadas ao promenor, as pacas demonstram haver um deslocamento das partículas de zircónia à superfície devido à pressão exercida pela fratura.

Tsalouchoua *et al.* (2008) verificam no seu estudo, por MEV, a dispersão dos graus, electrodensos, de zircónia à superfície, sendo que na área de fatura, estes autores verificam que a área de grão medida excede os 95%. Desta forma, os resultados obtidos no nosso estudo vão ao encontro dos resultados obtidos pelos autores supra-citados. Estes resultados são confirmados pelos estudos *in vitro* que demonstram a elevada resistência à flexão (90-1200 Mpa) e à fratura (9-10 Mpa/m^{1/2}) (Christel et al., 1989).

Por outro lado, o material de revestimento apresenta fibras de diferentes tamanhos dispersas dentro da matriz vítrea, como se verifica na imagem 8 e no estudo de Tsalouchoua *et al.* (2008).

Já Aboushelib *et al.* (2007) verificou que as estruturas de zircónia revestidas com alumínia, como as amostras estudadas (imagem 9), oferecem mais resistências à fratura, que

frequentemente é interrompida por grãos de alumina maiores, causando deflexão e dissipação de energia. Por conseguinte, podemos inferir que o aumento de grãos densos verificados na superfície das placas analisadas deve-se ao agrupamento de grãos de alumina ao redor das fendas provocadas pela fratura. Ao mesmo tempo, as partículas de zircónia ao redor do local de pressão são colocados numa situação de stress activando a transformação do estado tetragonal-monoclinico neste local. Por outro lado, esta complexa estrutura resulta de uma percentagem mais elevada de porosidades e defeitos internos, que são responsáveis pela resistência à flexão mais internamente, realçando a importância da composição deste material (Deville *et al.*, 2005).

Podemos inferir que os três grupos analisados apresentam uma composição química muito semelhante, com elevados níveis de zircónia. Por esta razão a sua resistência à flexão, microscopicamente é muito semelhante, uma vez que as partículas constituintes reagem da mesma forma. Importa realçar que as estruturas de zircónia apresentam bons resultados nos testes de flexão, essencialmente, pelo fato das fendas encontrarem no caminho partículas de zircónia maiores que impedem a progressão da fenda.

Sundh e Sjögren (2006) verificam que existem diferenças significativas na resistência à flexão entre as amostras da Vita e as cerâmicas da Ivoclar, sendo as fracturas maiores nas cerâmicas da Ivoclar. Não obstante, estes resultados não são concordantes com os obtidos no presente estudo.

A diferença de resultados verificada poderá estar relacionada com o fato do reduzido número de amostras estudada no presente estudo, que poderá ter enviesado os resultados. Por outro lado, Sundh e Sjögren (2006) não apresentam a metodologia de sinterização. A sinterização é um processo muito importante para a estabilidade das próteses de zircónia, sendo que cada fabricante apresenta a sua metodologia própria. Por conseguinte, os autores citados poderão não ter aplicado todas as instruções do processo citadas pelo fabricante e seguidas no presente estudo, justificando as diferenças de resultados obtidas.

Um outro factor de enviesamento do presente estudo é a composição dos diferentes grupos analisados. Enquanto G1 apresenta uma amostra de 6 casos, G2 e G3 apresentam apenas 3 amostras por grupo, isto é, os grupos comparados entre si não são equivalentes. Por outro lado, para que os resultados pudessem ser generalizados os grupos deveriam ser constituídos por 30 amostras cada. Contudo, no presente grupo não foi possível a obtenção de amostras suficientes, limitando os resultados do mesmo.

Como anteriormente referido o processo de sinterização é um processo sensível, passível de variações com a alteração de pequenos factores. Este fenómeno é verificado no presente estudo, com a variação dos valores de resistência à flexão obtidos dentro de cada grupo.

Pela análise da tabela 7 podemos verificar que o grupo com maior variação de resultados para a resistência à flexão da placa de zircónia é o G1, com uma variação de 662,96 N/mm², sendo o G2 o grupo com menor variação de resultados, um um valor de variação de 69,68 N/mm², estando o grupo G3 no intervalo destes dois grupos, com uma variação de resultados de 209,38 N/mm². Esta maior variação nos valores de resistência à flexão obtidos em G1, poderá estar relacionada com o maior número de amostras existentes neste grupo. Contudo, a diferença entre a variação de resultados obtidos entre G2 e G3 não pode ser justificada com o tamanho da amostra de cada grupo, uma vez que estes apresentam o mesmo número de amostras, três. Para G2 e G3 a diferença na variação dos resultados poderá estar relacionada com a estabilidade do material, sendo as cerâmicas utilizadas pela Ivoclar (G2) mais estável do que as cerâmicas da Vita (G3).

Os resultados relativos na tabela 6 demonstram que G3 apresenta menor resistência à flexão, indo estes resultados ao encontro dos obtidos por Sundh e Sjögren (2006), que apenas compara a Ivoclar com a Vita. Importa, no entanto, realçar que os resultados obtidos por Sundh e Sjögren (2006) são estatisticamente significativos, enquanto os obtidos no presente estudo não o são.

Não foram encontrados estudos de comparação da Sirona com os outros dois fabricantes, Ivoclar e Vita, limitando a comparação com os resultados obtidos por outros autores.

Podemos inferir que com o presente estudo é possível verificar a importância de efectuar estudos de comparação dos materiais comercializados pelas diferentes entidades, uma vez que estes poderão melhor orientar os profissionais de dentária para a correcta utilização das próteses de cerâmica.

O tomada de conhecimento das propriedades dos diferentes tipos de próteses de zircónia comercializadas pelas diferentes empresas é fulcral para a correcta aplicação nos pacientes, melhorando não só a componente estética das mesmas como também o sua durabilidade.

5 - Conclusão

No presente estudo podemos concluir que:

- não foram observadas diferenças estatisticamente significativas entre as três marcas utilizadas (Sirona, Ivoclar e Vita), quanto à resistência à flexão;

- não foram observadas diferenças estatisticamente significativas entre as três marcas utilizadas (Sirona, Ivoclar e Vita), quanto ao módulo de elasticidade à flexão;

- não foram observadas diferenças significativas entre as três marcas utilizadas (Sirona, Ivoclar e Vita), quanto à sua composição química;

- não foram observadas diferenças significativas entre as três marcas utilizadas (Sirona, Ivoclar e Vita), quanto à sua microestrutura.

- A microestrutura das zircónias não apresentam diferenças significativas na sua composição.

6 – Sugestões de trabalho futuro

A evolução das próteses dentárias tem sido notória ao longo dos últimos anos. Atualmente, não importa apenas a aplicação de uma prótese resistente, uma vez que o sentido estético é cada vez mais valorizado pela sociedade.

Uma das grandes preocupações dos pacientes é que a existência da prótese não seja notada por si, no quotidiano, como também não seja notada pelos outros. Neste sentido, as próteses de zircónia têm sido alvo de muitos estudos por diversos autores, pela sua elevada resistência, alto sentido estético (muito semelhante à cor do dente natural) e pela baixa aderência de bactérias à mesma, quando comparadas com próteses metálicas.

Com a evolução deste tipo de prótese foram sendo lançadas para o mercado várias marcas. Para os dentistas importa conhecer as características das marcas existentes, vantagens e desvantagens, de forma a melhor adaptarem as próteses utilizadas para as necessidades dos seus clientes. O facto da mesma poder ser preparada no seu consultório é um fator muito importante, por exemplo, uma vez que o cliente não necessita de uma segunda consulta. Por outro lado, a resistência da prótese à flexão é um factor determinante na escolha da mesma. As próteses mais resistentes têm maior durabilidade, pelo que aumenta a satisfação do cliente, bem como diminuí possíveis complicações da mesma.

Por conseguinte, no estudo apresentado fica demonstrada a necessidade de, mesmo com a existência de vários estudos a analisar as próteses de zircónia, é necessário desenvolver mais estudos nesta área, especificamente comparando as diferentes marcas existentes no mercado.

7 - Bibliografia

Aboushelib, M., Kleverlaan, C. & Feilzer, A. (2007) *Evaluation of a High Fracture Toughness Composite Ceramic for Dental Applications*. Journal of Prosthodontics. 17: 538–544.

Aboushelib, M., Kleverlaan, C. & Feilzer, A. (2008) *Effect of Zirconia Type on Its Bond Strength with Different Veneer Ceramics*. Journal of Prosthodontics. 17: 401-408.

Al-Radha, Al-Radha AS, Dymock D, Younes C, O'Sullivan D. (2012) *Surface properties of titanium and zirconia dental implant materials and their effect on bacterial adhesion*. J Dent. ;40(2):146-53.

Beuer, F., Schweiger, J., Eichberger, M., Kappert, H., Gerneta, W. & Edelhoff, D. (2009) *High-strength CAD/CAM-fabricated veneering material sintered to zirconia copings - A new fabrication mode for all-ceramic restorations*. Dental Materials. 25: 121-128.

Bottino, M., Quintas, A., Miyashita, E. & Giannini, V. (2001) *Estética em reabilitação oral metal-free*. São Paulo. Artes Médicas.

Butz F, Heydecke G, Okutan M, Strub JR. (2005) *Survival rate, fracture strength and failure mode of ceramic implant abutments after chewing simulation*. Journal of Oral Rehabilitation, 32:838–43.

Cales B, Stefani Y, Lilley E. *Long-term in vivo and in vitro aging of a zirconia ceramic used in orthopaedy*. J Biomed Mater Res 1994;28:619-24

Conceição, E. (2005) *Restaurações Estéticas: compósitos, cerâmicas e implantes*. 1ª Ed.. São Paulo. Artmed.

Christel, P., Meunier, A., Heller, M., Torre, J. & Peille, C. (1989) *Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia*. J Biomed Mater Res. 23(1): 45-61.

Denry, I. & Kelly, J. (2008) *State of the art of zirconia for dental applications*. Dental Materials. 24: 299-307.

Deville, S., Chevalier, J., Dauvergne, C. *et al.* (2005) *Microstructural investigation of the aging behavior of (3Y-TZP)-Al₂O₃ composites*. J Am Ceram Soc. 88: 1273-1280.

Ficher, J., Stawarczyk, B., & Hammerle, C. (2008) *Flexural strength of veneering ceramics for zirconia*. J Dent. 36(5): 316-321.

Fuster-Torres, M., Albalat-Estela, S., Alcañiz-Raya, M. & Peñarrocha-Diago, M. (2009) *CAD/CAM dental systems in implant dentistry: update*. Medicina Oral Patologia Oral y Cirugia Bucal. 14 (3): 141-145.

Garvie, R., Hannink, R. & Pascoe, R.. (1975) *Ceramic steel?* Nature. 258: 703-704.

Hannink, R., Kelly, P. & Muddle, B. (2000) *Transformation toughening in zirconia-containing ceramics*. Journal of the American Ceramic Society. 83(3): 461-487.

Lops D, Mosca D, Casentini P, Ghisolfi M, Romeo E. (2012), *Prognosis of zirconia ceramic fixed partial dentures: a 7-year prospective study*. Int J Prosthodont., 25(1):21-3

Luthy, H., Sharer, P. & Gaukler, L. (1993) *New materials in dentistry: Zirconia posts*. Proc. Monte Verita BMS Conf., Ascona, CH, VI-2.

Kina S. (2005) *Cerâmicas dentárias*. Dental Press Estética; 2 (2):112-118.

Kohal RJ, Wolkewitz M, Tsakona A. (2011) *The effects of cyclic loading and preparation on the fracture strength of zirconium-dioxide implants: an in vitro investigation*, Clin Oral Implants Res. 22(8):808-14

Kohal RJ, Klaus G. (2004) *A zirconia implant-crown system: a case report*. International Journal of Periodontics Restorative Dentistry, 24:147-53.

Raigrodski AJ, Chiche GJ, Potiket N, Hochstedler JL, Mohamed SE, Billiot S, (2006) *The efficacy of posterior three unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study*. Journal of Prosthetic Dentistry ,96:237-44.

Sennerby L, Dasmah A, Larsson B, Iverhed M. (2005) *Bone tissue responses to surface-modified zirconia implants: A histomorphometric and removal torque study in the rabbit*, Clinical Implant Dentistry and Related Research, 7:S13-S20.

Sundh, A. & Sjögren, G. (2006) *Fracture resistance of all-ceramic zirconia bridges with differing phase stabilizers and quality of sintering*. Dental materials. 22: 778–784.

Suttor, D. (2004) *Lava zirconia crowns and bridges*. International Journal of Computerized Dentistry. 7(1): 67-76.

Tartaglia GM, Sidoti E, Sforza C. (2011) *A 3-year follow-up study of all-ceramic single and multiple crowns performed in a private practice: a prospective case series*. Clinics (Sao Paulo). 66(12):2063-70

Tinschert J, Natt G, Mohrbotter N, Spiekermann H, SchulzeKA. (2007) *Lifetime of alumina- and zirconia ceramics used for crown and bridge restorations*. Journal of Biomedical Materials Research Part B Applied Biomaterials; 80:317–21.

Thompson, J., Stoner, B., Piascik, J. & Smith, R. (2011) *Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now?* Dental Materials. 27: 71-82.

Tsalouchoua, E., Cattell, M., Knowlesb, J., Pittayachawanb, P. & McDonaldc, A. (2008) *Fatigue and fracture properties of yttria partially stabilized zirconia crown system*. Dental materials. 24: 308-318.

Vagkopoulou, T., Koutayas, S., Koidis, P. & Strub, J. (2009) *Zirconia in Dentistry: Part 1. Discovering the Nature of an Upcoming Bioceramic*. The European Journal of Esthetic Dentistry. 4 (2): 130-152.

Yamano S, Al-Sowygh ZH, Gallucci GO, Wada K, Weber HP, Sukotjo C (2011), *Early peri-implant tissue reactions on different titanium surface topographies*. Clinical Oral Implants Res.,22(8):815-9.

8-Anexos

Anexo I

Análise estatística para o módulo de resistência à flexão

Elementos análise estatística

Módulo resistência à Flexão (N/mm²)			
Grupo	Média	N	Desvio padrão
G 1	1681,4	6	330,441
	59467		4064
G 2	1601,4	3	35,1062
	87400		290
G 3	1373,9	3	116,789
	44733		1682
Total	1584,5	12	263,882
	87767		7120

ANOVA

Módulo resistência à Flexão (N/mm²)

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig
Between Groups	190273,013	2	95136,506	1,487	,277
Within Groups	575701,930	9	63966,881		
Total	765974,942	11			

Multiple Comparisons

Dependent Variable: Módulo resistência à Flexão (N/mm2)

	(I) Tipo zircónia	(J) Tipo zircónia	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Tukey HSD	1	2	79,9720	178,839	,89	-	579,291
			667	1471	7	419,347838	971
		3	307,514	178,839	,25	-	806,834
			7333	1471	0	191,805171	638
	2	1	-	178,839	,89	-	419,347
			79,9720667	1471	7	579,291971	838
		3	227,542	206,505	,53	-	804,107
			6667	6594	7	349,022296	629
	3	1	-	178,839	,25	-	191,805
			307,5147333	1471	0	806,834638	171
		2	-	206,505	,53	-	349,022
			227,5426667	6594	7	804,107629	296
Tamhane	1	2	79,9720	136,416	,92	-	551,058
			667	2855	7	391,114451	584
		3	307,514	150,814	,22	-	782,377
			7333	9764	7	167,348525	992
	2	1	-	136,416	,92	-	391,114
			79,9720667	2855	7	551,058584	451
		3	227,542	70,4087	,18	-	658,995
			6667	048	9	203,910602	936
	3	1	-	150,814	,22	-	167,348
			307,5147333	9764	7	782,377992	525
		2	-	70,4087	,18	-	203,910
			227,5426667	048	9	658,995936	602

Módulo Flexão (N/mm²)

		Subset for alpha = 0.05	
Tipo		1	
zircónia		N	
HSD	Tukey	3	1373,94
			4733
	2	3	1601,48
			7400
	1	6	1681,45
			9467
	Sig.		,282

Anexo II

Análise estatística para o módulo de elasticidade à flexão

Elementos análise estatística

Descriptives

ModuloElasticidadeFlexao

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
1	6	2380,9875	142,53525	58,18977	2231,4059	2530,5691	2202,08	548,50
2	3	2580,1500	306,13611	176,74777	1819,6657	3340,6343	2246,70	848,50
3	3	2486,0750	229,72045	132,62916	1915,4178	3056,7322	2237,48	690,50
Total	12	2457,0500	208,29706	60,13018	2324,7044	2589,3956	2202,08	848,50

Test of Homogeneity of Variances

ModuloElasticidadeFlexao

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
1,245	2	9	,333

ANOVA

ModuloElasticidadeFlexao

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	82701,205	2	41350,603	,943	,425
Within Groups	394563,095	9	43840,344		
Total	477264,300	11			

Multiple Comparisons

Dependent Variable: ModuloElasticidadeFlexao

	(I)	(J)	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
	Grupo	Grupo				Lower Bound	Upper Bound
Tukey HSD	1	2	-199,16250	148,05462	,407	-612,53188	214,2068
		3	-105,08750	148,05462	,764	-518,45688	308,2818
		1	199,16250	148,05462	,407	612,53188	-214,2068
	2	3	94,07500	170,95875	,849	-383,2428	571,3928
		1	105,08750	148,05462	,764	-518,45688	308,2818
		2	-94,07500	170,95875	,849	-571,3928	383,2428
	3	2	-199,16250	186,08015	,760	-1293,6718	895,3468
		3	-105,08750	144,83282	,892	-637,2534	847,4284
		1	199,16250	186,08015	,760	1293,6718	-895,3468
Tamhane	2	3	94,07500	220,97572	,971	-817,6901	1005,8401
		1	105,08750	144,83282	,892	-637,2534	847,4284
	3	1	-94,07500	220,97572	,971	-1005,8401	817,6901
		2	-105,08750	144,83282	,892	-847,4284	637,2534

ModuloElasticidadeFlexao

	Grupo		Subset for alpha = 0.05
			1
Tukey HSD ^{a,b}	1		2380,9875
	3		2486,0750
	2		2580,1500
	Sig.		,442

Anexo III

Imagens de microscopia electrónica de varrimento das amostras de zircónia

I .Imagens Microscopia Electrónica Varrimento obtidas Grupo 1

Imagem 13 – CEMUP SE Am. 1x150 15kv.

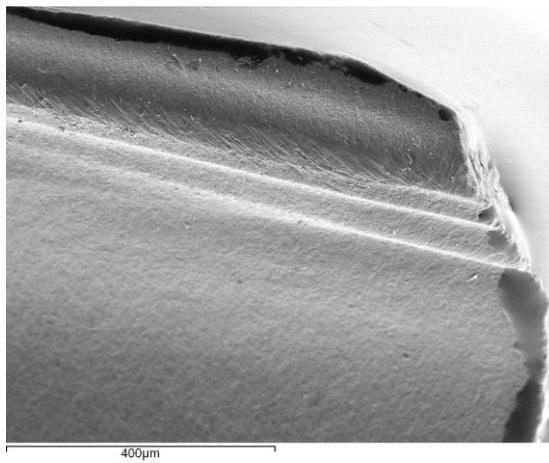


Imagem 14 – CEMUP SE Am. 1x1000 15kv.



Imagem 15 – CEMUP SE Am. 1x5000 15kv.

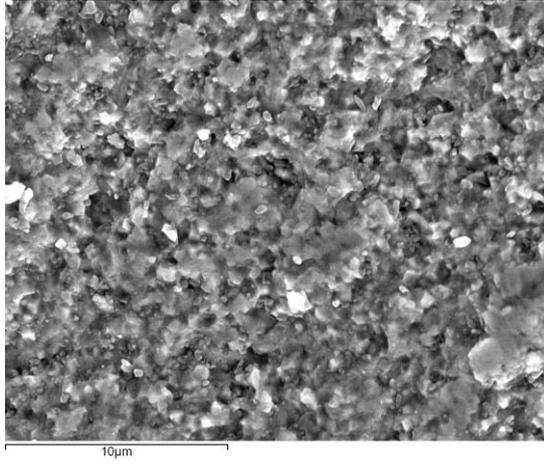


Imagem 16 – CEMUP SE Am. 1x1000 15kv.

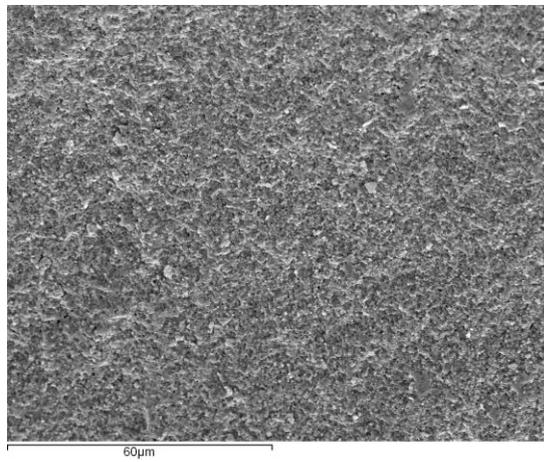
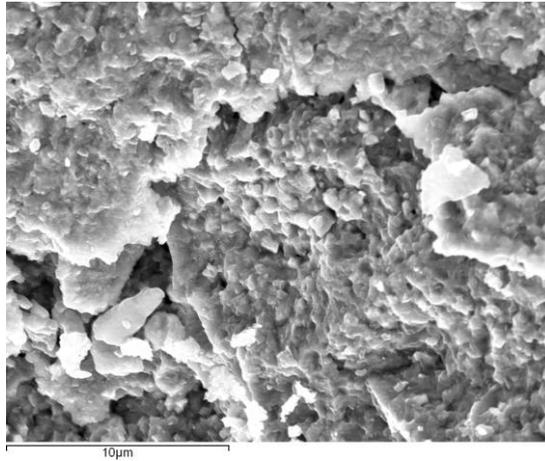


Imagem 17 – CEMUP SE Am. 1x5000 15kv.



II- Imagens Microscopia Electrónica Varrimento obtidas Grupo 2

Imagem 18 – CEMUP SE Am. 2a x150 15kv.

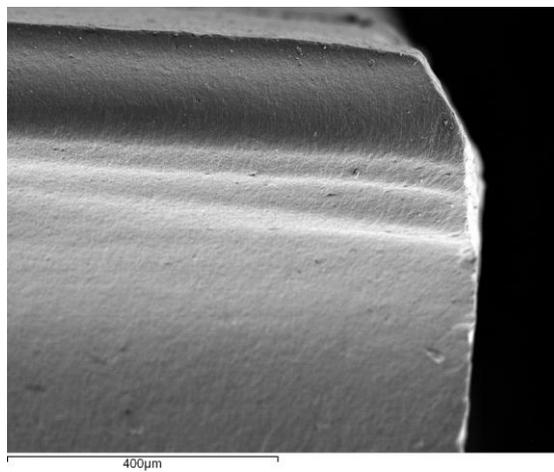


Imagem 19 – CEMUP SE Am. 2a x1000 15kv.

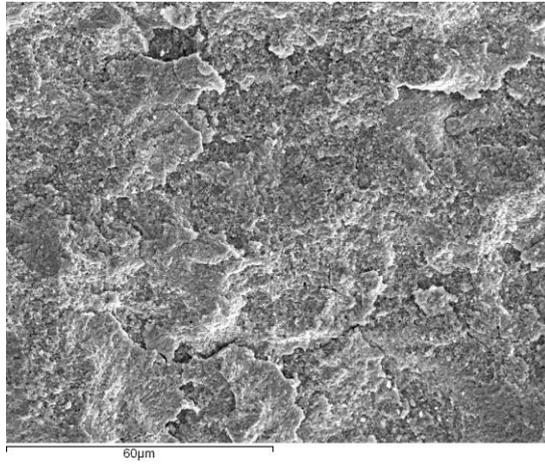


Imagem 20– CEMUP SE Am. 2a x5000 15kv.

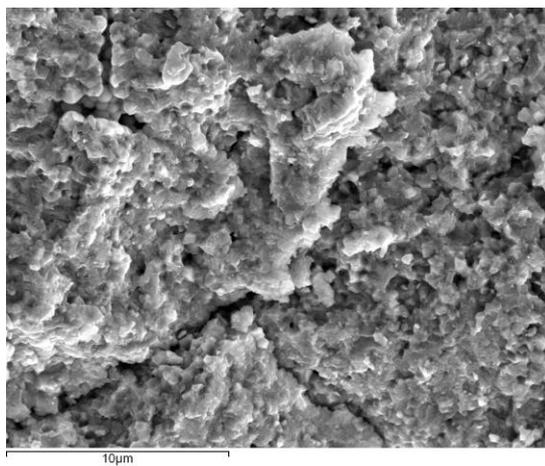
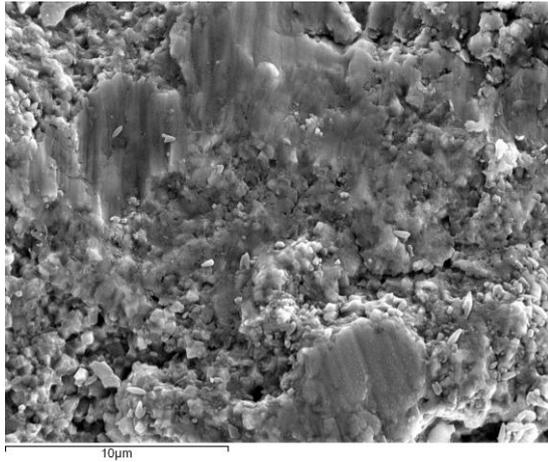


Imagem 21 – CEMUP SE Am. 2a x5000 15kv.



III- Imagens Microscopia Electrónica Varrimento obtidas Grupo 3

Imagem 22 – CEMUP SE Am. 3a x150 15kv.

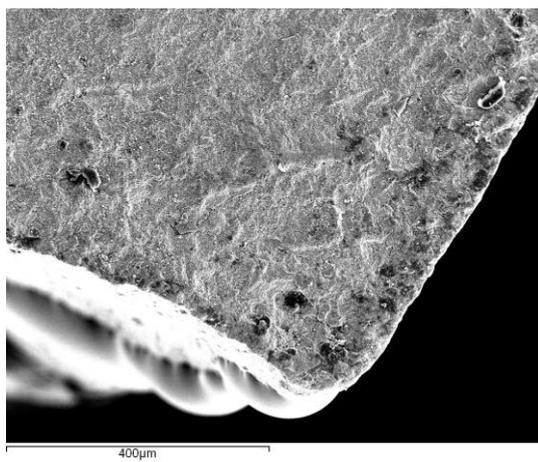


Imagem 23 – CEMUP SE Am. 3ax1000 15kv.

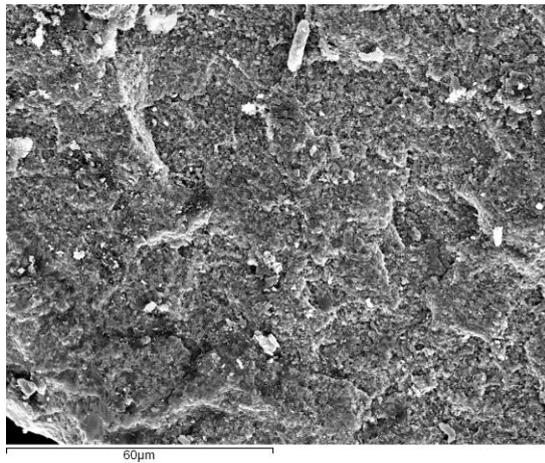


Imagem 24 – CEMUP SE Am. 3a x5000 15kv.

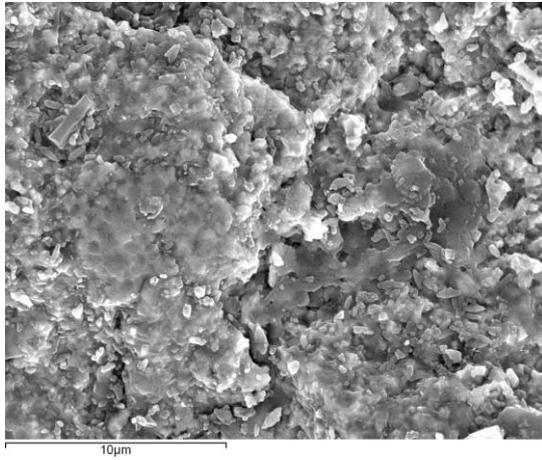


Imagem 25 – CEMUP SE Am. 3a x5000 15kv.

