UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

JOHNATA CAVALCANTI FONSECA

**Análise tridimensional por elementos finitos das tensões residuais em
próteses cerâmicas bicamadas para aplicação dentária**

São Carlos
2019

JOHNATA CAVALCANTI FONSECA

**Análise tridimensional por elementos finitos das tensões residuais em
próteses cerâmicas bicamadas para aplicação dentária**

Versão Corrigida

Dissertação apresentada ao programa de
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia
de Materiais da Universidade de São
Paulo, para obtenção do título de Mestre
em Ciências.

Área de concentração: Desenvolvimento,
Caracterização e Aplicação de Materiais.

Orientador: Eduardo Bellini Ferreira
Coorientador: Rodrigo Ribeiro Paccola

**São Carlos
2019**

**AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTES
TRABALHOS, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA
FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.**

F676a Fonseca, Johnata Cavalcanti
Análise tridimensional por elementos finitos das
tensões residuais em próteses cerâmicas bicamadas para
aplicação dentária / Johnata Cavalcanti Fonseca;
orientador Eduardo Bellini Ferreira; coorientador
Rodrigo Ribeiro Paccola. São Carlos, 2019.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação
em Ciência e Engenharia de Materiais e Área de
Concentração em Desenvolvimento, Caracterização e
Aplicação de Materiais -- Escola de Engenharia de São
Carlos da Universidade de São Paulo, 2019.

1. Método dos Elementos Finitos (MEF). 2. Tensões
térmicas residuais. 3. Cerâmicas dentárias. 4.
Restaurações cerâmicas bicamadas. I. Título.

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato: Bacharel **JOHNATA CAVALCANTI FONSECA**.

Título da dissertação: "Análise tridimensional por elementos finitos das tensões residuais em próteses cerâmicas bicamadas para aplicação dentária".

Data da defesa: 15/02/2019.

Comissão Julgadora:

Resultado:

Prof. Dr. **Eduardo Bellini Ferreira**
(Orientador)
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

Aprovado

Profa. Dra. **Ligia Antunes Pereira Pinelli**
(Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"/UNESP - Araraquara)

Aprovado

Prof. Dr. **Rogério Carrazedo**
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

Aprovado

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais:
Prof. Associado **Rafael Salomão**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:
Prof. Associado **Luis Fernando Costa Alberto**

Dedico esse trabalho ao meu pai Jonas e à minha mãe Adimar, por terem sonhado com esse momento e lutado para torná-lo possível, e por terem estimulado em mim o desejo de aprender cada vez mais.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus por ter me contemplado com mais essa benção e por ser o meu refúgio e fortaleza, dando-me saúde e força para superar as dificuldades.

Aos meus pais Jonas e Adimar por sempre acreditarem no meu potencial e investirem no meu futuro. Obrigado por sempre priorizarem a minha educação. Se hoje estou aqui é porque vocês um dia sonharam e serei eternamente grato. Ao meu irmão Jefferson por sempre me incentivar a ser cada vez melhor em tudo o que faço. Aos meus tios, tias, primos e primas por se orgulharem de mim em cada uma de minhas conquistas e à minha noiva Mayara que esteve sempre ao meu lado me dando suporte em cada uma de minhas decisões.

Ao professor Eduardo Bellini pela confiança, paciência e dedicação na orientação desse trabalho tornando-o possível.

Ao professor Rodrigo Paccola pela coorientação e pelas importantes contribuições sem as quais o presente trabalho não teria se concretizado.

À professora Ligia Pinelli pela assistência prestada e por ter disponibilizado o laboratório para fabricação das amostras.

Ao professor Rafael Salomão que aceitou ser meu orientador em caráter temporário possibilitando o meu ingresso no mestrado.

Aos professores que, de alguma forma, contribuíram para minha formação, em especial: Vera Lúcia, Antonio de Carvalho, Ricardo Tarpani, Laiza Maria, Rogério Carrazedo, Hellmut Eckert, Lauralice de Campos, Renato Gonçalves e Valmor Mastelaro.

Aos técnicos do laboratório SMM-EESC-USP, em especial ao Pedro Lorenzo e João Bernardi, aos técnicos do IFSC-USP Maria Inês e Cássio, ao técnico

do SET-USP Masaki Kawabata, ao especialista em laboratório do SET-USP Dorival Piedade Neto e ao protético da UNESP-Araraquara Germano Pastre Neto.

Ao secretário de Pós-graduação Victor Luiz Barioto, ao técnico Mauro Alonso e às secretarias do Departamento de Engenharia de Materiais EESC-USP Priscila Granato e Ana Fabricio por sempre ajudarem.

Aos amigos do grupo de cerâmicas: Raúl Revelo, Guilherme Macena, Arthur Sampaio, Maria Costa, Marcelo Bacha, Roger Fernandes, Letícia Cursini, José Sakihama, Luis Mateus, Samuel Martins e Leandro Fernandes que estiveram sempre à disposição para ajudar desde o início do mestrado.

Aos meus amigos do departamento de Engenharia de Materiais EESC-USP, do IFSC-USP e do SET-USP: Thalles Lucas, Rafael Triani, Higor Centurion, Lucas Gomes, Larissa Proença, Camila Teixeira, Lucas Soares, Ana Beatriz Emilio, Bernardo Carvalho, Caio Silva, Henrique Soares e Lucas Antonio.

Ao programa de pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da USP-São Carlos pela oportunidade.

À CAPES pelo suporte financeiro, na forma de bolsa de estudos, para o desenvolvimento do presente trabalho.

E a todos que direta ou indiretamente fizeram parte da minha formação, o meu muito obrigado

“Os livros não mudam o mundo, quem muda o mundo são as pessoas. Os livros só mudam as pessoas.”

Mário Quintana

RESUMO

FONSECA, J. C. **Análise tridimensional por elementos finitos das tensões residuais em próteses cerâmicas bicamadas para aplicação dentária.** 136p. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2019.

Restaurações cerâmicas bicamadas têm sido amplamente utilizadas em próteses dentárias devido à biocompatibilidade e estética atraente. Todavia, ainda se observam problemas com relação à durabilidade dos materiais que as compõem. No presente estudo, modelos tridimensionais de coroas dentárias bicamadas foram criados a partir da geometria de um primeiro pré-molar superior derivada de imagens de tomografia. Os modelos com espessuras de porcelana de cobertura variando de 0,3 a 3,0 mm foram analisados em computador pelo método dos elementos finitos (MEF) para o cálculo das tensões térmicas residuais geradas durante o resfriamento de 700 °C até a temperatura ambiente a 30 e 200 °C/min. As propriedades necessárias para os cálculos com elementos finitos foram obtidas da literatura e avaliadas experimentalmente. Os materiais IPS e.max Ceram (porcelana de cobertura), ICE Zirkon Translucent e ICE Zirkon Translucent Plus (infraestruturas) foram caracterizados por difração de raios X (DRX), dilatometria, picnometria de hélio e análise química. A porcelana de cobertura foi também analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de transmissão (MET), calorimetria exploratória diferencial (DSC), termogravimetria, e a granulometria do pó por espalhamento a laser. Os resultados mostraram que as porcelanas com maiores espessuras apresentaram menores tensões residuais de superfície. Taxas maiores de resfriamento produziram tensões mais elevadas. Não foi possível identificar fluorapatita por DRX no material IPS e.max Ceram. No entanto, uma pequena e heterogênea cristalinidade foi detectada por MEV e MET em escalas micro e nanométricas, respectivamente. As temperaturas de transição vítrea medidas por DSC e dilatometria foram inferiores à indicada pelo fabricante. As infraestruturas foram identificadas como zircônias tetragonais policristalinas estabilizadas por Ítria

(Y-TZP) por DRX e as propriedades medidas coincidiram com as da literatura.

Palavras-chaves: Método dos Elementos Finitos (MEF), Tensões térmicas residuais, Cerâmicas dentárias, Restaurações cerâmicas bicamadas

ABSTRACT

FONSECA, J. C. **Three-dimensional finite-element analysis of residual stresses in bilayered ceramic prostheses for dental application.** 136p. Dissertation (M. Sc.) - São Carlos School of Engineering, University of São Paulo, São Carlos, 2019.

Bilayered ceramic restorations have been widely used in dental prostheses due to the biocompatibility and attractive esthetics. However, there are still problems with the durability of the materials that compose them. In the present study, three-dimensional models of bilayered dental crowns were created from the geometry of a first upper premolar derived from tomography images. The models with veneer thicknesses ranging from 0.3 to 3.0 mm were analyzed on computer by the finite element method (FEM) for the calculation of residual thermal stresses generated during the cooling from 700 °C to room temperature at 30 and 200 °C/min. The properties required for finite element calculations were obtained from the literature and evaluated experimentally. The materials IPS e.max Ceram (veneer), ICE Zirkon Translucent and ICE Zirkon Translucent Plus (cores) were characterized by X-ray diffraction (XRD), dilatometry, helium pycnometry and chemical analysis. The veneer was also analyzed by scanning (SEM) and transmission electron microscopy (TEM), differential scanning calorimetry (DSC), thermogravimetry, and powder particle size by laser scattering. Results showed that the veneers with greater thickness had lower residual surface tensions. Higher cooling rates produced higher stresses. It was not possible to identify fluorapatite by DRX in the IPS e.max Ceram material. However, a small and heterogeneous crystallinity was detected by SEM and TEM at micro and nanoscale, respectively. The glass transition temperatures measured by DSC and dilatometry were lower than the indicated by the manufacturer. The cores materials were identified as yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP) by XRD and the measured properties coincided with literature.

Keywords: Finite Element Method (FEM), Thermal residual stresses, Dental ceramics, bilayered ceramic restorations.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Coroa cerâmica com infraestrutura de zircônia.....	34
Figura 2 – Sólido de Maxwell generalizado em uma dimensão.....	46
Figura 3 – Função de relaxação de cisalhamento normalizada para IPS Empress 2 veneer em várias temperaturas.....	47
Figura 4 - Evolução da temperatura fictícia versus histórico térmico.	49
Figura 5 - Interface do software Materialise® Mimics com a geometria de dois pré-molares superiores (canto inferior direito) geradas a partir de imagens de tomografia (demais imagens).....	52
Figura 6 – Modelo 3D de um primeiro pré-molar superior na interface do 3-matic....	53
Figura 7 – Modelo 3D da coroa do primeiro pré-molar superior.	53
Figura 8 – Vista lateral do modelo em corte com 1 mm de deslocamento interno e as subdivisões à mostra.....	54
Figura 9 – Vista inferior do modelo mostrando com região do contorno antes (à esquerda) e após o preenchimento (à direita).....	54
Figura 10 – a) Modelo da coroa ao lado do cilindro gerado no 3-matic. b) Cilindro transladado para dentro da coroa (vista em corte). c) Vista em corte da superfície criada com o comando “cut”. d) Vista em corte da segunda superfície criada com o comando “cut”.	55
Figura 11 – Malha de superfície antes e após os comandos “Smooth” e “Adaptative Remesh”.....	56
Figura 12 - Vista do modelo da prótese em corte com as malhas de volume geradas.	57
Figura 13 - Vistas em corte dos modelos com camadas variadas cujas maiores distâncias entre as superfícies são de a) 0,3 mm, b) 0,5 mm	58
Figura 14 - Vistas em corte dos modelos com camadas variadas cujas maiores distâncias entre as superfícies são de a) 1,5 mm, b) 2,0 mm, c) 2,5 mm e d) 3,0 mm.	59
Figura 15 - Geometria, localização dos nós e o sistema de coordenadas para o	

elemento SOLID187.	61
Figura 16 - Geometria, localização dos nós e o sistema de coordenadas para o elemento SURF152.	61
Figura 17 – Visor do Forno Programat P310 com o programa de aquecimento para a IPS e.max Ceram.....	65
Figura 18 – Tensões principais na superfície da porcelana de cobertura de 1,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$ (valores em MPa).	71
Figura 19 - Tensões principais ao longo da espessura da porcelana de cobertura de 1,0 mm e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$ (valores em MPa).	72
Figura 20 - Tensões principais na superfície da infraestrutura com PC de 1,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$ (valores em MPa).	72
Figura 21 - Tensões principais ao longo da espessura da infraestrutura com PC de 1,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$ (valores em MPa).	73
Figura 22 - Deformações mecânicas totais na porcelana de cobertura com 1,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$	74
Figura 23 – Deformações mecânicas totais na infraestrutura com PC de 1,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$	74
Figura 24 - Tensões principais no modelo com PC de 1,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $60 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$ em a) superfície de PC, b) ao longo da espessura de PC, c) superfície de IF e d) ao longo da espessura de IF (valores em MPa).	75
Figura 25 - PC de 0,3 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$	76
Figura 26 - PC de 0,3 mm de espessura e coeficiente de convecção de $60 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$	76
Figura 27 - PC de 0,5 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$	77
Figura 28 - PC de 0,5 mm de espessura e coeficiente de convecção de $60 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$	77
Figura 29 - PC de 1,5 mm de espessura máxima e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$	78
Figura 30 - PC de 1,5 mm de espessura máxima e coeficiente de convecção de $60 \text{ W/m}^2\cdot^{\circ}\text{C}$	78
Figura 31 - PC de 2.0 mm de espessura máxima e coeficiente de convecção de 17	

W/m ² ·°C.....	79
Figura 32 - PC de 2,0 mm de espessura máxima e coeficiente de convecção de 60 W/m ² ·°C.....	79
Figura 33 - PC de 2,5 mm de espessura e coeficiente de convecção de 17 W/m ² ·°C.	80
Figura 34 - PC de 2,5 mm de espessura e coeficiente de convecção de 60 W/m ² ·°C.	80
Figura 35 - PC de 3,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de 17 W/m ² ·°C.	81
Figura 36 - PC de 3,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de 60 W/m ² ·°C.	81
Figura 37 – Resumo das tensões máximas calculadas para os modelos com coeficiente de convecção de 17 W/m ² ·°C e 60 W/m ² ·°C.	82
Figura 38- Distribuição do tamanho de partícula do pó de IPS e.max Ceram.	86
Figura 39. Difrátograma do pó de IPS e.max Ceram sem tratamento e da barra após a queima.....	88
Figura 40 – Difrátograma da amostra IPS e.max Ceram após passar 24 h em um forno a 800 °C.	89
Figura 41 – Difrátograma IPS e.max Ceram após passar 24 h em um forno a 800 °C em comparação com os da Fluorapatita e do Feldspato (K,Na)(AlSi ₃ O ₈).	90
Figura 42 - Difrátograma das zircônias analisadas e de uma Y-TZP.....	92
Figura 43. Microestrutura (à direita detalhe em maior aumento) da superfície de IPS e.max Ceram após a sinterização, polida e atacada com HF 1%; imagens topográficas obtidas por MEV.....	96
Figura 44. Microestrutura (à direita detalhe em maior aumento) da superfície de IPS e.max Ceram tratado para sinterização, polida e atacada com HF 1%; imagens com contraste de fase obtidas por MEV.....	97
Figura 45. Imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para o pó como fornecido de IPS e.max Ceram antes do tratamento térmico em diferentes escalas.	98

Figura 46. Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para o pó de IPS e.max Ceram antes do tratamento térmico com o diâmetro dos pontos surgidos (à esquerda) e da difração de elétrons realizada nessa região (à direita).	98
Figura 47. Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para partícula do pó de IPS e.max Ceram sem tratamento térmico mostrando o aspecto de vapor (à esquerda) e o surgimento de linhas claras e escuras (à direita) durante a análise microscópica.....	99
Figura 48 – Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para a partícula do pó de IPS e.max Ceram mostrada na figura anterior, após a estabilização no microscópio (à esquerda) e uma difração de elétrons para essa região (à direita).....	99
Figura 49 – Imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para o pó de IPS e.max Ceram moído após o tratamento térmico (Seção 3.5.1.1) em diferentes regiões e suas respectivas difrações de elétrons.	100
Figura 50 - Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para o pó de IPS e.max Ceram moído após o tratamento térmico com a presença de bastonetes e a difração de elétrons para essa região.....	101
Figura 51 – Curvas de aquecimento e resfriamento de um ensaio de DSC na amostra IPS e.max Ceram como fornecida.	102
Figura 52 - Determinação da T_g do IPS e.max Ceram pelo método do C_p extrapolado.	103
Figura 53 - Curvas das análises dilatométricas realizadas em três amostras de IPS e.max Ceram tratadas para sinterização segundo o recomendado pelo fabricante.	104
Figura 54 - Determinação da temperatura de transição vítrea para a amostra 1 de IPS e.max Ceram pós-tratamento.....	105
Figura 55 – CET em função da temperatura para três amostras de IPS e.max Ceram sinterizadas junto com o CET calculado pela Equação (11) utilizado nas simulações.	106
Figura 56 - Análises dilatométrica de três amostras (réplicas) de ICE Zirkon Translucent após tratamento para densificação.	107
Figura 57 - Valores de CET em função da temperatura para três amostras de ICE Zirkon Translucent previamente densificadas a 1500 °C junto com o CET calculado pela Equação (11) utilizado nas simulações.	108

Figura 58 - Análises termogravimétricas para amostras de IPS e.max Ceram como fornecido pelo fabricante.	110
---	-----

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Vitrocerâmicas utilizadas em restaurações dentárias. Adaptado de Höland (2006).....	41
Tabela 2 – Quantidade de elementos de superfície e de sólidos para porcelana de cobertura (PC) e infraestrutura (IF) e número de nós para os modelos de camadas uniformes.....	58
Tabela 3 - Quantidade de elementos de superfície e de sólidos para porcelana de cobertura (PC) e infraestrutura (IF) e número de nós para os modelos de camadas uniformes.....	60
Tabela 4 – Valores de Calor Específico (Cp) e condutividade térmica (K) da VMK68 e Y-TZP para dadas temperaturas.	62
Tabela 5 – Propriedades dos materiais usados na simulação.....	63
Tabela 6 – Constantes para coeficiente de expansão térmica para VMK68 e Y-TZP.	63
Tabela 7 – Propriedades viscoelásticas da VMK68 a uma temperatura de referência de 700 °C.	64
Tabela 8 – Máximas tensões principais para os modelos com coeficiente de convecção de 17 W/m ² ·°C.....	82
Tabela 9 - Máximas tensões principais máximas para os modelos com coeficiente de convecção de 60 W/m ² ·°C.....	83
Tabela 10 – Resultados da análise de classificação granulométrica por espalhamento de luz laser de baixo ângulo para o IPS e.max Ceram.	85
Tabela 11 – Densidades dos materiais pré-sinterizados (picnometria de He), após sinterização (Arquimedes) e porosidades dos materiais usados no trabalho.....	87
Tabela 12 - Comparação entre as intensidade relativa (Int. Rel.), ângulos de difração (2θ) e distâncias interplanares dos picos de difração para o IPS e.max Ceram tratado a 800 °C por 24 h, comparado ao feldspato (K,Na)(AlSi ₃ O ₈).	91
Tabela 13 – Comparação entre os valores de intensidade relativa dos picos de difração (Int. Rel.), ângulo de difração (2θ) e distâncias interplanares para a ICE	

Zirkonzahn Translucent e a Y-TZP.....	93
Tabela 14 - Comparação entre os valores de intensidade relativa dos picos de difração (Int. Rel.), ângulo de difração (2θ) e distâncias interplanares para a ICE Zirkonzahn Translucent Plus e a Y-TZP.....	93
Tabela 15 – Resultados da análise química para IPS e.max Ceram em comparação com o divulgado pelo fabricante.	94
Tabela 16 - Resultados da análise química para ICE Zirkon Translucent e ICE Zirkon Translucent Plus em comparação com o divulgado pelo fabricante [84].	95
Tabela 17 – Temperaturas de transição vítrea no aquecimento e resfriamento para amostras de IPS e.max Ceram após tratamento de sinterização como recomendado pelo fabricante (seção 3.5.1.1).	105
Tabela 18 – Coeficientes de expansão térmica médios entre 200 e 400 °C medidos em amostras de IPS e.max Ceram sinterizadas.	107
Tabela 19 - Coeficiente de expansão térmica médios determinados entre 200 e 900 °C em amostras de ICE Zirkon Translucent previamente densificadas à 1500 °C.	108

LISTA DE SIGLAS

APDL	Ansys parametric design language
ATG	Análise termogravimétrica
CAD	Computer-Aided Design
CAM	Computer-Aided Manufacturing
CET	Coeficiente de expansão térmica
CNC	Comando numérico computadorizado
DRX	Difração de Raios X
DSC	Calorimetria exploratória diferencial
EESC	Escola de Engenharia de São Carlos
FRX	Fluorescência de Raios X
ICSD	Inorganic Crystal Structure Database
IF	Indica infraestrutura
IFSC	Instituto de Física de São Carlos
IQSC	Instituto de Química de São Carlos
LCT	Laboratório de Caracterização Tecnológica

MEF	Método dos elementos finitos
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
PC	Indica porcelana de cobertura
SCL	Super cooled liquids
SENM	Sólido elementar não-metálico
UFSCar	Universidade Federal de São Carlos
UNESP	Universidade Estadual Paulista
UNIFEI	Universidade Federal de Itajubá
USP	Universidade de São Paulo
VFEM	Viscoelastic finite element method
Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por Ítria

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	31
1.1. Objetivos	32
1.1.1. Objetivos específicos.....	32
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	33
2.1. Sistemas Metalocerâmicos	33
2.2. Sistemas cerâmicos	33
2.3. Técnicas de processamento das restaurações	35
2.3.1. Prensagem	35
2.3.2. Sistema infiltrado de vidro	36
2.3.3. Fresamento	36
2.4. Cerâmica, vidro e transição vítrea.....	38
2.5. Vitrocerâmicas	39
2.6. Tensões térmicas em compósitos cerâmicos.....	43
2.7. Modelos utilizados para cálculo de tensões residuais em materiais vitreos por métodos numéricos.....	45
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	51
3.1. Softwares Utilizados.....	51
3.2. Construção do modelo tridimensional da coroa dentária	52
3.2.1. Camadas uniformes.....	57
3.2.2. Camadas variáveis	58
3.3. Cálculo das tensões residuais pelo MEF	60

3.3.1.	Análise térmica.....	60
3.3.2.	Análise estrutural	63
3.3.3.	Análise dos resultados	64
3.4.	Materiais utilizados	64
3.5.	Caracterização dos materiais	65
3.5.1.	Preparação das amostras	65
3.5.2.	Distribuição do tamanho de partículas	66
3.5.3.	Densidade	66
3.5.4.	Difração de Raios X	67
3.5.5.	Análise química.....	67
3.5.6.	Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)	68
3.5.7.	Análise termogravimétrica.....	68
3.5.8.	Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET).....	68
3.5.9.	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	69
3.5.10.	Análise Dilatométrica	69
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	71
4.1.	Cálculo das tensões residuais	71
4.1.1.	Análise estrutural	71
4.2.	Caracterização dos materiais	85
4.2.1.	Distribuição do tamanho de partículas	85
4.2.2.	Densidade	87
4.2.3.	Difração de Raios X	88
4.2.4.	Análise química.....	93
4.2.5.	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	96
4.2.6.	Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET).....	97

4.2.7. Calorimetria diferencial de varredura (DSC)	101
4.2.8. Análise dilatométrica.....	103
4.2.9. Análise Termogravimétrica (ATG)	109
5. CONCLUSÕES	111
5.1. Simulações.....	111
5.2. Caracterizações	111
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	113
REFERÊNCIAS	115
ANEXO A – COMANDOS EXECUTADOS NO ANSYS.....	125

1. INTRODUÇÃO

Com os avanços no processamento de materiais cerâmicos e a melhoria em suas propriedades mecânicas de resistência e tenacidade, a substituição de próteses dentárias metalocerâmicas por totalmente cerâmicas se tornou possível. Sistemas totalmente cerâmicos se popularizaram entre dentistas e pacientes devido aos seus atributos funcionais e cosméticos. Em relação às infraestruturas metálicas, as cerâmicas possuem melhor aspecto estético, maior resistência química e melhor biocompatibilidade [1]. No entanto, nem sempre apresentam durabilidade satisfatória [2]. Os fabricantes lançam constantemente novos produtos com promessas de maior durabilidade e resistência mecânica. Todavia, faz-se necessário testar as propriedades desses materiais e verificar como se comportam diante das variadas situações às quais são submetidos durante sua aplicação.

Quando a restauração dentária é composta por apenas um único material, ela é chamada monolítica. Diferente de ligas metálicas, as cerâmicas de base (principalmente em zircônia) de próteses dentárias são mais translúcidas, no entanto, ainda não o suficiente para se parecerem visualmente com dentes reais [3]. Por isso, no meio odontológico, é comum recobrir as próteses e restaurações dentárias cerâmicas com uma porcelana de cobertura com maior translucidez. Nesse caso, a restauração será chamada bicamada, sendo a camada inferior a infraestrutura e a superior conhecida como cobertura ou porcelana de cobertura.

Geralmente, essas porcelanas são vitrocerâmicas sinterizadas obtidas a partir da cristalização controlada de vidros, e suas composições químicas e microestruturas diferem significativamente do material da infraestrutura (a base de ZrO_2), e, por consequência, também diferem suas propriedades como módulo de elasticidade (E) e coeficiente de expansão térmica (CET) [4]. Tais propriedades, quando muito discrepantes, podem resultar em problemas como a delaminação e o lascamento, comumente observados em situações clínicas [5].

Pela complexidade geométrica das próteses cerâmicas bicamadas, ou seja, compostas de uma infraestrutura de zircônia tenacificada e uma porcelana de cobertura, é difícil avaliar por meio de cálculos analíticos as tensões residuais devido às diferenças entre as propriedades dos materiais usados em sua construção. Outra dificuldade é considerar nos cálculos a variação das propriedades mecânicas e térmicas durante o processamento dos materiais, por exemplo, devido à cristalização e mudanças de fases cristalinas no material de cobertura. A modelagem numérica via Método dos elementos finitos (MEF) desse tipo de problema surge como alternativa para a caracterização de tais tensões, orientando o projeto de novos materiais e processos para essa finalidade.

1.1. Objetivos

O trabalho tem como objetivo calcular as tensões térmicas residuais em coroas bicamadas feitas de materiais comumente utilizados na odontologia a partir de uma análise pelo método dos elementos finitos (MEF). Além disso, estudar esses materiais a nível microestrutural e caracterizá-los a fim de compreender os fenômenos que ocorrem durante o aquecimento e resfriamento decorrente dos processos de fabricação.

1.1.1. Objetivos específicos

- I. Construir uma geometria tridimensional de uma prótese dentária bicamada utilizando os software Materialise® Mimics e 3-matic;
- II. Simular o resfriamento por livre convecção à temperatura ambiente da prótese no pacote comercial ANSYS® para se determinar as tensões residuais geradas nas camadas da coroa dentária;
- III. Caracterizar e estudar a microestrutura e a composição química de uma porcelana utilizada para cobertura (feldspática com fluorapatita) e outra para infraestrutura (zircônia) antes e após a sinterização.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Sistemas Metalocerâmicos

Sistemas metalocerâmicos passaram a ser utilizados nos anos 60 [6]. Consistem na obtenção de uma restauração dentária esteticamente aceitável pela aplicação e queima de uma porcelana em uma infraestrutura metálica [6]. As cerâmicas de revestimento eram mais conhecidas como porcelanas feldspáticas, no entanto, devido ao baixo CET do feldspato, era adicionado entre 15 a 25 % em volume de leucita na composição para que o CET fosse ligeiramente menor do que o do metal, como consequência, a porcelana ficava comprimida [7].

Apesar de as propriedades mecânicas das porcelanas feldspáticas serem as mais baixas dentre os materiais utilizados no meio odontológico [8], seu uso nos sistemas metalocerâmicos foi bem-sucedido. Isso se deve aos avanços obtidos pelos fabricantes na qualidade dos materiais, principalmente em termos de controle de tamanho de cristais e propriedades ópticas [9].

2.2. Sistemas cerâmicos

Com a crescente demanda pelas restaurações sem metais, os sistemas totalmente cerâmicos evoluíram bastante nas últimas décadas. Novas técnicas de processamento foram desenvolvidas sendo possível obter um melhor controle sobre a microestrutura e, conseqüentemente, nas propriedades mecânicas desses materiais. Dessa forma, a substituição das infraestruturas metálicas pelas cerâmicas se tornou possível [6].

Cerâmicas policristalinas tais como alumina e zircônia não possuem vidro residual. O pó de partículas cristalinas é compactado e sinterizado sem formação de fase líquida, que no resfriamento se tornaria um vidro. A densa rede cristalina reduz a propagação de trincas melhorando as propriedades mecânicas [10,11]. Todavia, tendem a ser opacas e são indicadas para a fabricação de próteses

múltiplas e coroas unitárias bicamadas, ou seja, com aplicação de uma camada de cobertura para que seja atingido o resultado estético desejado (Figura 1) [10].

Figura 1 – Coroa cerâmica com infraestrutura de zircônia [12].

Cerâmicas policristalinas a base de alumina (In-Ceram Alumina – Vita Zahnfabrik; Procera – Nobel Biocare) apresentam resistência à flexão de até 600 MPa e tenacidades à fratura (capacidade do material resistir à fratura na presença de uma fissura [13]) de até 6 MPa $m^{1/2}$ [14,15], maiores do que as cerâmicas reforçadas com leucita (IPS Empress; Ivoclar Vivadent), porcelana feldspática convencional (Vita Bloc Mark II; VITA Zahnfabrik) e infraestruturas modificadas (In-Ceram Spinell; Vita Zahnfabrik) [16–18], além de apresentarem taxas de sobrevivência acima de 90% após 5 anos para o uso de coroas unitárias em vários estudos publicados [19].

Cerâmicas a base de zircônia foram introduzidas posteriormente no mercado e são hoje as mais estudadas no meio odontológico devido as suas propriedades ótimas para aplicações dentárias: maior dureza, resistência à fadiga e resistência mecânica, permitindo próteses mais extensas, além de excelente resistência ao desgaste, boa usinabilidade para pilares de implantes e biocompatibilidade [20].

A zircônia é um material cerâmico que possui três formas cristalográficas: monoclinica até 1170 °C, tetragonal de 1170 °C até 2370 °C e cúbica de 2370 °C até o ponto de fusão [21]. A forma tetragonal pode ser retida na microestrutura da cerâmica de forma metaestável total ou parcialmente pela dopagem [22] e controle do tamanho de grãos [23], e se transformar na fase

monoclínica mediante estímulo mecânico, tal como na abertura de trincas na superfície da cerâmica [24]. Como os cristais monoclônicos são maiores do que os tetragonais, a transformação é acompanhada de um aumento no volume de 4%, induzindo tensões compressivas na ponta da trinca ao mesmo tempo que a energia é dissipada durante a transformação [25,26]. Esse mecanismo dificulta a propagação de trincas resultando em uma melhoria nas propriedades mecânicas [24], como uma resistência a flexão entre 900-1200 MPa e tenacidade à fratura em torno de 6 MPa m^{1/2} [27–29], podendo chegar a valores entre 9 e 10 MPa m^{1/2} [26,30].

Tradicionalmente, a zircônia é de cor branca e sua opacidade pode ocultar o substrato. A maioria das zircônias dentárias necessita de tingimento (coloração) para melhorar sua estética [31]. Apesar disso, a restauração mais popular usa a zircônia como infraestrutura para uma porcelana de cobertura adequada aos contornos anatômicos e estéticos. Todavia, uma das razões mais importantes para a introdução de restaurações monolíticas (sem aplicação de cobertura) de zircônia é a significativa taxa de fratura de porcelanas em restaurações bicamadas à base de zircônia (6 a 25% após três anos), maior que a taxa de fratura relatada para porcelanas sobre infraestruturas metálicas.[19,32,33].

2.3. Técnicas de processamento das restaurações

As técnicas de processamento para confecção de restaurações cerâmicas são: prensagem, sinterização e fresamento, discutidas adiante.

2.3.1. Prensagem

O sistema utiliza a técnica da cera perdida, onde um padrão de cera é incluído em um compartimento cilíndrico e preenchido de um material refratário, e o conjunto é conduzido a um forno para evaporação, resultando em um contramolde. O material cerâmico é fundido em altas temperaturas e pressionado (injetado) pneumáticamente por um pistão para dentro do espaço vazio do molde. Esse

processo ocorre no vácuo em um forno especial. Para Gorman, Mcdevitt e Hill, “os benefícios da prensagem em comparação com o método tradicional de sinterização são o formato próximo do formato final demandando um mínimo de ajuste dimensional, aumento do módulo de Weibull e aumento de resistência mecânica” [34]. O forno ainda pode ser utilizado como um forno convencional de porcelana dentária.

A primeira geração de cerâmicas prensadas continha entre 35 a 45 vol.% de leucita cristalina como reforço [6]. Já a segunda geração contém em torno de 65 vol.% de dissilicato de lítio como fase cristalina principal, e cerca de 1 % de porosidade [35].

2.3.2. Sistema infiltrado de vidro

Sinterização é o processo no qual um pó compactado é transformado em um corpo cerâmico denso e resistente após o aquecimento. A força motriz que opera durante a sinterização é a redução do excesso de energia associado às superfícies. Isso pode ocorrer pelo aumento do tamanho médio das partículas ou pela eliminação das interfaces sólido/vapor e a criação de contornos de grãos, em geral seguido de crescimento de grãos. No segundo caso, ocorre adensamento ou densificação [36].

Nessa técnica as cerâmicas são compactadas por prensagem e posteriormente tratadas para sinterização. Cerâmicas de alumina prensadas e sinterizadas começaram a ser utilizadas em 1990, e ainda hoje são usadas. Para compensar a retração oriunda da sinterização (12 a 20%), uma matriz ampliada é projetada com auxílio de computador [37]. A mesma técnica também pode ser utilizada para cerâmicas a base de zircônia.

2.3.3. Fresamento

No fresamento, um bloco cerâmico é desgastado até a forma desejada para a restauração. Duas técnicas são utilizadas: a pantográfica e o CAD/CAM (desenho/manufatura auxiliados por computador). Com o avanço da tecnologia, a técnica pantográfica tem caído em desuso para a confecção de restaurações devido

ao grande número de defeitos e falhas no produto final [38]. No entanto, o CAD/CAM tem se desenvolvido consideravelmente e por essa razão o foco foi dado apenas a essa técnica.

Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacturing (CAD/CAM) refere-se a um sistema utilizado para desenho e manufatura auxiliados por computador para a fabricação de peças em geral, e no presente caso para próteses dentárias. A tecnologia CAD usa softwares para definir o formato e as dimensões, enquanto a tecnologia CAM programa o modelo projetado para uma máquina de comando numérico computadorizado (CNC) para fabricar a prótese a partir de um bloco feito de material odontológico.

Um dos primeiros materiais a serem utilizados em um sistema CAD/CAM foi um vitrocerâmico a base de fluormica com planos de clivagem em sua estrutura, garantindo uma ótima usinabilidade [39]. Essa técnica utiliza blocos cerâmicos totalmente sinterizados a base de feldspato, leucita ou dissilicato de lítio.

Utilizar os blocos completamente sinterizados resulta em uma prótese com maior precisão dos contornos e do formato, além de economizar tempo clínico, uma vez que não exige um novo tratamento térmico. No entanto, como os materiais possuem alta resistência mecânica, o desgaste das ferramentas é mais elevado, assim como o tempo para usiná-los. Além disso, usinar materiais frágeis como cerâmicas dentárias pode levar à formação de microfissuras e defeitos superficiais [40].

Após vários anos de pesquisa, em 2001 Filser Kocher e Gauckler propuseram utilizar blocos cerâmicos de zircônia parcialmente sinterizados em próteses dentárias que posteriormente passariam por um tratamento térmico para completar a sinterização em um forno específico [41]. Os blocos parcialmente sinterizados são fresados mais facilmente, economizando tempo e reduzindo o desgaste dos equipamentos [42]. Ademais, as microfissuras oriundas da usinagem são eliminadas no tratamento de sinterização subsequente [43] e, por ser um

material menos denso, o tempo esperado de usinagem é menor. Porém, a sinterização final provoca retração, o que pode resultar em incompatibilidades dimensionais na restauração protética e necessita atenção [40].

2.4. Cerâmica, vidro e transição vítrea

Cerâmica pode ser definida como um “composto sólido obtido pela aplicação de calor e algumas vezes calor e pressão, formado por pelo menos dois elementos, sendo um deles um não-metal ou um sólido elementar não-metálico (SENM: B, P, S, C, Si, Ge) e o outro (ou outros) um metal ou outro SENM” [36].

Várias definições foram elaboradas para o termo “vidro” nas últimas décadas. A mais recente define vidro como “um estado condensado da matéria, não cristalino e fora do equilíbrio, que exibe uma transição vítrea. A estrutura dos vidros é semelhante à dos seus líquidos super-resfriados (SCL) e eles relaxam espontaneamente em direção ao estado SCL. Seu destino final, no limite do tempo infinito, é cristalizar-se” [44].

Segundo Scherer, a transição vítrea “é uma região de temperatura onde o rearranjo molecular ocorre em uma escala de minutos ou horas, de forma que as propriedades do líquido mudam a uma taxa que é facilmente observada” [45]. Ainda segundo esse autor, uma mudança em função do tempo nas dimensões ocorrerá se houver aplicação de cargas mecânicas, fenômeno conhecido por viscoelasticidade. Além disso, se um líquido que esteja na faixa de transição vítrea for submetido a uma mudança abrupta de temperatura, sofrerá uma alteração no volume (e em outras propriedades) em função do tempo, fenômeno conhecido como relaxação estrutural.

Durante o resfriamento de um líquido, a transição vítrea pode ser identificada pela alteração na dependência de algumas propriedades em função da temperatura (como volume e entalpia), em relação ao comportamento do líquido super-resfriado, a uma taxa que pode ser observada experimentalmente. A temperatura de transição vítrea é geralmente definida como o ponto de interseção das linhas extrapoladas das regiões de vidro e de líquido super-resfriado [46].

Entre a temperatura de fusão e a temperatura de transição vítrea (T_g), se a nucleação não ocorrer, ou seja, se a barreira termodinâmica para que a nucleação ocorra não for superada, o líquido se encontrará em um estado metaestável ou super-resfriado e continuará a se contrair de acordo com o coeficiente de retração térmica do líquido em equilíbrio. Abaixo de T_g , tem-se o vidro. Ele é “termodinamicamente instável e relaxa espontaneamente em direção ao estado líquido super-resfriado em qualquer temperatura diferente de zero Kelvin” [44].

2.5. Vitrocerâmicas

Os vitrocerâmicos “são derivados da cristalização controlada de vidros, que consiste em uma ou mais fases de cristal mais algum vidro residual, dependendo da composição inicial e do tratamento térmico dado” [47]. Grande parte dos vidros inorgânicos pode ser transformada em vitrocerâmicos nesse processo que é chamado de devitrificação [13]. Como os vidros não possuem poros, as vitrocerâmicas podem mais facilmente não os apresentar. O acabamento superficial se assemelha ao dos vidros, todavia, todas as propriedades (químicas, térmicas, elétricas, ópticas, etc.) são modificadas [48].

Os vitrocerâmicos apresentam várias vantagens em relação aos vidros e às cerâmicas devido a sua ampla variedade de microestruturas especiais que não podem ser produzidas em nenhum outro material. As fases vítreas podem apresentar diferentes propriedades, que dependem de suas composições, e ser arranjadas na microestrutura de diferentes formas morfológicas. Já as fases cristalinas podem demonstrar morfologias especiais, relacionadas à suas estruturas atômicas específicas, além de apresentar diferenças consideráveis na aparência a depender do modo de crescimento dos cristais. Esses métodos de formação das microestruturas são possíveis através da nucleação e cristalização controladas, e também da composição do vidro de origem [49].

O controle sobre as fases presentes e a grande variedade de

possibilidades microestruturais permitem o desenvolvimento de vitrocerâmicas com as propriedades desejadas para uma dada finalidade [49]. Dentre elas, para o presente trabalho, vale destacar:

- **Propriedades térmicas:** podem ser controladas pelo controle da composição química das fases cristalinas e do vidro residual podendo, por exemplo, o produto apresentar retração volumétrica quase nula.
- **Propriedades ópticas:** já que podem ser fabricados sem poros e apresentar fase vítrea residual, a depender da microestrutura e da composição, é possível ter vitrocerâmicas opacas, translúcidas ou com elevada transparência, além de ser possível produzi-las virtualmente em qualquer cor. Outras características ópticas importantes são a fluorescência (visível e infravermelha) e a opalescência.
- **Propriedades químicas:** com o controle da natureza do cristal, da fase vítrea e da interface entre ambas, é possível produzir vitrocerâmicas solúveis ou resistentes quimicamente. É possível, ainda, combinar uma fase reabsorvível e outra quimicamente resistente na microestrutura.
- **Propriedades biológicas:** vitrocerâmicas biocompatíveis têm sido produzidas para a medicina humana e para a odontologia, além de serem produzidos materiais bioativos para implantes.
- **Propriedades mecânicas:** é possível produzir vitrocerâmicas com resistência à flexão de até 500 MPa. A dureza também tem aumentado consideravelmente ao longo dos anos, e valores de tenacidade à fratura (K_{IC}) de até 3 MPa.m^{1/2} foram atingidos [49]. Nenhum outro material apresenta essas propriedades associadas à translucidez e ainda permite ser prensado ou fresado, sem apresentar retração volumétrica e nem desenvolver poros. As características da superfície como dureza, polibilidade, brilho, ou abrasividade também podem ser controladas.

No meio odontológico, as vitrocerâmicas são utilizadas como biomateriais para restaurações dentárias por apresentarem estética agradável (parecido com o dente natural), além de exibirem boa resistência mecânica e resistência ao desgaste. O estudo e o desenvolvimento desses materiais têm ocorrido com foco em situações clínicas específicas, tais como coroas, próteses fixas e pilares de implantes [50]. As principais vitrocerâmicas e suas aplicações podem ser vistas na Tabela 1.

Tabela 1 - Vitrocerâmicas utilizadas em restaurações dentárias. Adaptado de Höland (2006) [50].

Fase cristalina principal	Mecanismo de nucleação e cristalização	Processamento; aplicação	Nome do produto (Fabricante)
Mica	Mecanismos internos e separação de fase	CAD/CAM; coroas, inlays	DICOR® MGC (Corning Inc, Dentsply Int.)
Leucita	Mecanismos superficiais	Prensagem; coroas, inlays, coberturas	IPS EMPRESS® (Ivoclar Vivadent AG)
Leucita	Mecanismos superficiais	CAD/CAM; coroas, inlays, coberturas	ProCAD® (Ivoclar Vivadent AG)
Leucita e fluorapatita	Nucleação interna superficial e heterogênea	Sinterização em estruturas metálicas; coroas, próteses múltiplas	IPS d.SIGN® (Ivoclar Vivadent AG)
Silicato de lítio com Zircônia	Mecanismos internos	Prensagem em espigões; pilares	IPS EMPRESS® Cosmo (Ivoclar Vivadent AG)
Dissilicato de lítio	Nucleação interna heterogênea	Prensagem; coroas, próteses múltiplas	IPS EMPRESS® 2 (Ivoclar Vivadent AG)
Fluorapatita	Nucleação interna	Sinterização em vitrocerâmica de dissilicato de lítio	IPS Eris® (Ivoclar Vivadent AG)
Metassilicato de lítio/dissilicato	Nucleação interna heterogênea	CAD/CAM; coroas, inlays, coberturas, próteses múltiplas	IPS e.max® CAD (Ivoclar Vivadent AG)
Fluorapatita	Nucleação interna	Sinterização sob IPS e.max® CAD	IPS e.max® Ceram (Ivoclar Vivadent AG)
Fluorapatita	Nucleação interna	Fluxo viscoso em ZrO ₂	IPS e.max® ZirPress (Ivoclar Vivadent AG)

Apesar das vantagens apresentadas em relação aos demais materiais, dos avanços no controle das propriedades em função da microestrutura, do lançamento constante de novos materiais e técnicas de processamento, as vitrocerâmicas ainda têm desempenho insatisfatório para odontologia [2]. Com base nisso, o seguinte questionamento é levantado: os materiais cerâmicos utilizados na cobertura de próteses com infraestruturas baseadas em zircônia são intrinsicamente frágeis para essa aplicação ou a forma como esses materiais vêm sendo processados tem afetado as propriedades e, conseqüentemente, o desempenho final?

Uma breve revisão bibliográfica foi realizada sobre o efeito dos parâmetros de processamento nas propriedades dos materiais.

Durante o resfriamento, à medida que a temperatura atinge a temperatura de transição vítrea (T_g), um vidro muda do estado líquido super-resfriado, em que apresenta escoamento viscoso, para um estado elástico típico de sólidos. Abaixo de T_g , assumindo que uma porcelana de cobertura é essencialmente vítrea, as tensões geradas devido à diferença entre os CETs da zircônia e da porcelana não podem ser aliviadas por escoamento viscoso, causando deformação plástica, pois a viscosidade da porcelana será muito elevada [51]. Essas tensões residuais podem aumentar a probabilidade de lascamentos da porcelana de cobertura durante a mastigação [52].

O controle da viscoelasticidade dos componentes vítreos nos compósitos cerâmicos pode servir para controlar as tensões residuais. Quando os vidros são resfriados a partir de uma temperatura acima da T_g para uma abaixo, eles permanecem em um estado de não-equilíbrio termodinâmico, cujas propriedades (mecânicas, termodinâmicas, etc.) lentamente retornam para seus valores de equilíbrio. Esse processo deve ser levado em consideração para prever de forma precisa a performance dos vidros a longo prazo, especialmente quando são utilizados em cerâmicas bicamadas dentárias [45].

Taskonak e colaboradores mostraram que um resfriamento rápido produz tensões residuais compressivas enquanto que um resfriamento lento tende a

produzir tensões residuais tracionantes na porcelana de cobertura [53]. No entanto, Almeida Junior e colaboradores concluíram que a taxa de resfriamento pouco influi nas propriedades da porcelana quando considerada isoladamente, ou seja, sem estar ligada à base de zircônia [54].

De acordo com Conrad, Seong e Pesun, a fratura do material cerâmico é a causa mais comum de falhas das próteses presentes na literatura [3]. Apesar de a porcelana de cobertura ser utilizada primordialmente por razões estéticas, ela possui um papel importante no comportamento mecânico das próteses. A resistência mecânica e tenacidade à fratura dos sistemas bicamadas dependem da camada da porcelana de cobertura quando a fissura se inicia pela superfície. Embora tensões residuais compressivas na porcelana de cobertura aumentem a resistência mecânica do conjunto, as tensões tracionantes são a principal causa de lascamentos observados [55].

Para Aboushelib e colaboradores, a eficácia dos sistemas cerâmicos livres de metal depende da força de ligação entre a infraestrutura e a porcelana de cobertura [56]. Uma vez que a base cerâmica é significativamente mais resistente do que os materiais usados na cobertura, essa força de ligação tem um papel importante para que a prótese seja bem-sucedida. A razão entre as espessuras das camadas é um fator dominante no controle do local de início da fissura. Otimizar a espessura dessas camadas é necessário para assegurar que a porcelana de cobertura esteja sob compressão e a infraestrutura sob tração.

Diante do que foi exposto, observa-se que um dos fatores preponderantes para as eventuais falhas das próteses cerâmicas são as tensões térmicas residuais que surgem no sistema durante o processamento.

2.6. Tensões térmicas em compósitos cerâmicos

Tensões térmicas podem surgir em um material compósito exposto a uma evolução de temperatura por duas razões: a primeira é devido ao gradiente de

temperatura entre os materiais e a segunda devido à diferença no coeficiente de dilatação térmica entre os materiais, resultando em uma deformação térmica diferencial [57].

Portanto, é importante poder prever com razoável precisão as variações, distribuições e magnitudes das tensões internas, tanto em altas temperaturas quanto no estado final à temperatura ambiente (tensões residuais). A derivação de um modelo quantitativo para a ocorrência e desenvolvimento de tensões internas é necessária para definir o domínio de uso do compósito (velocidade máxima de resfriamento e aquecimento permitida) e seu tempo de vida. Medidas experimentais só nos fornecem informações limitadas a respeito do comportamento dos compósitos.

Tensões em materiais vítreos podem ser calculadas para um histórico térmico escolhido arbitrariamente usando teorias da viscoelasticidade e relaxação estrutural. Métodos analíticos foram desenvolvidos na literatura considerando os aspectos viscoelásticos [58–62] e efeitos estruturais [63,64]. Todavia, uma limitação desses métodos é que a geometria precisa ser simples, e gera a necessidade do desenvolvimento de métodos numéricos para esses problemas.

O método dos elementos finitos (MEF) tem se tornado uma importante ferramenta para simular situações reais por meio de softwares comerciais. Uma razoável gama de trabalhos já foi realizada e relatada na literatura, nos quais foram simuladas porcelanas bicamadas com infraestrutura cerâmica e porcelana de cobertura em nível acadêmico.

Aboushelib e colaboradores utilizaram o método de elementos finitos para calcular a força de ligação entre a infraestrutura cerâmica e a porcelana de cobertura para diferentes sistemas, obtendo resultados em concordância com a literatura [56].

Dehoff, Anusavice e Götzen simularam o efeito da viscoelasticidade da porcelana de cobertura durante o resfriamento para calcular as tensões térmicas residuais em próteses fixas a base de dissilicato de lítio e porcelana feldspática, chegando a valores de até 108 MPa [52].

Ereifej e colaboradores mediram as tensões de cisalhamento em sistemas de blocos bicamadas ZirCAD/Ceram e LS2/Ceram e depois, por elementos finitos, obtiveram resultados similares, validando o método [65].

Zhang e colaboradores mostraram que a análise térmica transiente, associada à análise termomecânica pelo método dos elementos finitos pode ser usada para simular fraturas induzidas termicamente em estruturas bicamadas sofisticadas [66].

Kim e colaboradores avaliaram os efeitos da taxa de resfriamento, do coeficiente de contração térmica e do módulo de elasticidade sobre as tensões residuais desenvolvidas em coroas dentárias de PVZ usando métodos de elementos finitos viscoelásticos (VFEM) [67].

2.7. Modelos utilizados para cálculo de tensões residuais em materiais vítreos por métodos numéricos

As tensões térmicas residuais podem ser calculadas desde que a distribuição de temperatura e o comportamento termomecânico dos materiais sejam conhecidos. O vidro é modelado como um material viscoelástico em um regime linear, passando por uma relaxação estrutural (relaxação do volume livre) durante o resfriamento.

Na Figura 2 está presente uma representação unidimensional de um sólido de Maxwell generalizado. Consiste em um elemento de mola em paralelo com vários elementos de Maxwell de mola em série com amortecedor. μ^i são as rigidezes das molas, η^i são as viscosidades dos amortecedores e o tempo de relaxação é definido pela razão da viscosidade e a rigidez [68].

Figura 2 – Sólido de Maxwell generalizado em uma dimensão [68].

A relação tensão-deformação para um material viscoelástico linear isotrópico tridimensional é dada por:

$$\sigma_{ij}(t) = \int_0^t \left[2G(t-\tau) \frac{\partial e_{ij}(\tau)}{\partial \tau} + \delta_{ij} K(t-\tau) \frac{\partial \theta(\tau)}{\partial \tau} \right] d\tau; \quad (i, j = 1, 2, 3) \quad (1)$$

onde σ_{ij} é o tensor tensão de Cauchy, e_{ij} é o tensor deformação deviatório, δ_{ij} é o delta de Kronecker, $G(t)$ é a função de relaxação de cisalhamento, $K(t)$ é a função de relaxação do volume, $\theta(t)$ é a deformação volumétrica, t é o tempo atual e τ o tempo passado.

A função de relaxação de cisalhamento para porcelanas de cobertura pode ser caracterizada por uma série de Prony de quatro termos representados da seguinte maneira [69]:

$$G(t) = G_0 \left[C_1 \exp\left(-\frac{t}{\lambda_1}\right) + C_2 \exp\left(-\frac{t}{\lambda_2}\right) + C_3 \exp\left(-\frac{t}{\lambda_3}\right) + C_4 \exp\left(-\frac{t}{\lambda_4}\right) \right] \quad (2)$$

em que $G_0 = G(0) = E/(2(1+\nu))$ é o módulo de cisalhamento inicial, λ_i são os tempos de relaxação, e os coeficientes C_i possuem soma igual a unidade. O efeito da relaxação volumétrica pouco afeta os cálculos das tensões [45] e, portanto, neste

trabalho, o comportamento foi considerado como elástico para cerâmicas dentárias, tal que:

$$K(t) = K_0 \quad (3)$$

onde $K_0 = K(0) = E/(3(1 - 2\nu))$.

Um conceito importante a ser considerado é o da simplicidade termoreológica que preconiza que o tempo de relaxação das tensões de cisalhamento de um material viscoelástico termoreologicamente simples irá se alterar na mesma proporção em que a temperatura for alterada. Assim, a curva da função de relaxação de cisalhamento versus $\log_{10}(t)$ tem a mesma forma em diferentes temperaturas, de modo que é possível deslocá-la ao longo do eixo horizontal (tempo) para obter uma curva mestre em qualquer temperatura de referência desejada (Figura 3) [52].

Figura 3 – Função de relaxação de cisalhamento normalizada para IPS Empress 2 veneer em várias temperaturas [52,67].

Para esses materiais, a resposta de uma propriedade P (em função da temperatura e do tempo), quando submetida a uma variação de temperatura, pode ser reduzida para [68]:

$$P(T, t) = P(T_r, \xi) \quad (4)$$

em que T é a temperatura, t é o tempo, T_r é uma temperatura de referência absoluta constante e ξ é o tempo reduzido, tal que [70]:

$$\xi = \frac{t}{A(t)} \quad (5)$$

onde $A(t)$ é uma função de deslocamento da curva. A função de relaxação de cisalhamento (2) passa a ser calculada em uma escala de tempo deslocada. Vidros reais possuem esse tipo de comportamento a um alto nível de aproximação [70].

Esse método possui o potencial de reduzir o esforço experimental necessário para determinar os parâmetros do material, mas necessita de uma função de deslocamento. Essas funções são calculadas em uma escala de temperatura absoluta ao se adicionar o valor da diferença de temperatura à temperatura atual, além dos valores da temperatura de referência (T_r) e a temperatura fictícia (T_f) na função.

Para o presente trabalho, será utilizado o modelo de Narayanaswamy [64], em que um fator de deslocamento $A(T)$ ao longo do eixo horizontal pode ser definido por:

$$A(T) = \exp \left[\frac{H}{R} \left(\frac{1}{T_r} - \frac{x}{T} - \frac{1-x}{T_f} \right) \right] \quad (6)$$

onde H é a energia de ativação, R é a constante dos gases e x uma constante do material, com $x \in [0,1]$.

O cálculo da temperatura fictícia é realizado por um método proposto por Markovsky, Soules e Boyd [71], em que T_f é decomposta em uma soma ponderada das temperaturas fictícias parciais T_{fi} , vide

$$T_f = \sum_{i=1}^n c_i T_{fi} \quad (7)$$

em que as temperaturas T_{fi} expressam a história térmica como

$$T_{fi} = T(t) - \dot{T} \tau_i \left(1 - \exp \left(-\frac{\Delta T}{\tau_i} \right) \right) + [T_{fi}(t - \Delta t) - T(t - \Delta t)] \exp \left(-\frac{\Delta T}{\tau_i} \right) \quad (8)$$

com $\dot{T} = dT/dt$ e τ_i o tempo de relaxação.

No início do resfriamento a partir do estado líquido, T_f segue a evolução da temperatura do processo (são idênticas). Na faixa de transição, a taxa de decaimento de T_f é menor do que a taxa de resfriamento (Figura 4); no final da transição, a temperatura fictícia tende à tangente da curva de variação da propriedade em baixas temperaturas, que passa a ter um comportamento linear.

Figura 4 - Evolução da temperatura fictícia versus histórico térmico [57].

Uma vez que a temperatura fictícia é conhecida, a deformação térmica no vidro correspondente a um resfriamento da temperatura T_0 (acima da temperatura de transição vítrea) à temperatura atual $T(t)$ é dada por

$$\varepsilon_{th} = \int_{T_0}^{T_f(t)} \alpha_l(T') dT' + \int_{T_f(t)}^{T(t)} \alpha_g(T') dT' \quad (9)$$

em que α_l, α_g são os CETs da fase líquida e sólida, respectivamente dados por:

$$\alpha_l(T) = \alpha_{l0} + \alpha_{l1}T + \alpha_{l2}T^2 + \alpha_{l3}T^3 + \alpha_{l4}T^4 \quad (10)$$

$$\alpha_g(T) = \alpha_{g0} + \alpha_{g1}T + \alpha_{g2}T^2 + \alpha_{g3}T^3 + \alpha_{g4}T^4 \quad (11)$$

3. MATERIAIS E MÉTODOS

O estudo foi desenvolvido em três etapas:

- i. construção de um modelo tridimensional de uma coroa dentária bicamada utilizando os software Materialise® Mimics e Materialise® 3-matic;
- ii. cálculo das tensões residuais geradas na coroa dentária após o resfriamento à temperatura ambiente por simulação usando o pacote comercial ANSYS® a partir de dados de materiais usados em restaurações cerâmicas dentárias colhidos na literatura; e
- iii. caracterização das microestruturas e estudo das composições químicas de uma porcelana utilizada para cobertura (feldspática com fluorapatita) e outra para infraestrutura (zircônia).

3.1. Softwares Utilizados

Os software utilizados nesse estudo foram Materialise® Mimics Research [72], Materialise® 3-matic Research [73] e ANSYS® Academic Research Mechanical [74].

Materialise® Mimics é um software de processamento de imagens para projeto e modelagem 3D, desenvolvido pela Materialise NV, Lovaina, Bélgica . O software é usado para criar modelos de superfície tridimensional a partir de imagens bidimensionais. Esses modelos 3D podem ser usados para diversas aplicações de engenharia. O software está comercialmente disponível como parte do Materialise® Mimics Innovation Suite, que também contém o Materialise® 3-matic, um software que permite a modificação e otimização dos modelos gerados pelo Mimics ou importados de outras plataformas.

ANSYS® é um software de simulação numérica do comportamento de sólidos e estruturas. O pacote de software de análise estrutural da ANSYS conta com ferramentas de análise de elementos finitos (FEA), tornando possível

personalizar e automatizar as simulações, analisando vários cenários de projetos. Algumas aplicações são análise de tensão e deformação, análise de vibrações, análises térmicas, de impacto etc.

O Departamento de Engenharia de Estruturas da EESC-USP possui as licenças de ambos os softwares. Para o Mimics foi utilizada a versão Mimics Research 18.0 e 3-matic Research 10.0, e para o ANSYS, a versão ANSYS® Academic Research Mechanical 19.1.

3.2. Construção do modelo tridimensional da coroa dentária

Uma geometria do primeiro e segundo pré-molares superiores construída no Mimics a partir da renderização de imagens tomográficas (Figura 5), e que foi utilizada no artigo “The Search for the Centre of Resistance of a Tooth Using a Finite Element Model and the Continuum Mechanics” [75], foi cedida pelo Professor Dr. Jesús García Sánchez, do Instituto de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI).

Figura 5 - Interface do software Materialise® Mimics com a geometria de dois pré-molares superiores (canto inferior direito) geradas a partir de imagens de tomografia (demais imagens).

A geometria do primeiro pré-molar foi isolada e exportada para o

programa 3-matic (Figura 6), a partir da qual foram realizados os procedimentos para se construir um modelo de uma prótese dentária bicamada.

Figura 6 – Modelo 3D de um primeiro pré-molar superior na interface do 3-matic.

Para o presente trabalho, apenas a região da coroa foi utilizada para a construção da prótese e, portanto, a região da raiz foi removida (Figura 7).

Figura 7 – Modelo 3D da coroa do primeiro pré-molar superior.

Para dividir a coroa em duas camadas, foi utilizado o comando “Uniform Offset”, que se encontra na aba “Design/Offset/Uniform Offset”, na superfície do dente. Esse comando desloca a superfície desejada a uma distância

pré-selecionada interna ou externamente mantendo-se ou não uma cópia da superfície original. Nas opções de deslocamento, foi selecionada a opção “Solid”, que conecta a superfície original com a superfície deslocada de forma que elas formem um sólido. A conexão é feita adicionando alguns triângulos extras à malha.

Assim, a partir de um deslocamento de 1,0 mm para o interior da superfície do dente, foi gerada uma segunda superfície na parte interna conectada com a original (Figura 8). O software identifica o lado interno de uma superfície fechada pela cor vermelha.

Figura 8 – Vista lateral do modelo em corte com 1 mm de deslocamento interno e as subdivisões à mostra.

A região da borda interna da camada inferior foi fechada utilizando o comando “Fill Hole Freeform” localizado na aba “Fix”. Esse comando considera uma região de contorno fechada como um buraco e gera uma superfície que o preenche (Figura 9).

Figura 9 – Vista inferior do modelo mostrando com região do contorno antes (à esquerda) e após o preenchimento (à direita).

Um cilindro de 2 mm de diâmetro foi criado no próprio 3-matic utilizando o comando “Design/Create Primitive/Create Cylinder” (Figura 10a), que pode ser rotacionado e transladado utilizando os comandos “Interactive Rotate” e “Interactive Translate” da aba “Align” até estarem numa posição semelhante a do pilar de um implante; elemento no qual uma coroa é cimentada ou parafusada e que serve de sustentação para a prótese (Figura 10b). Para aderir o cilindro à superfície da coroa, foi utilizado o comando “cut” da aba “Design”, selecionando a coroa como “Entity”(entidade que será recortada) e o cilindro como “cutting entity” (entidade cortadora). Com a execução do comando, foram formadas duas superfícies, uma com a união das superfícies de um lado da interseção entre a coroa e o cilindro (Figura 10c), e a outra com a união das superfícies do outro lado da interseção (Figura 10d). A segunda superfície gerada foi selecionada para prosseguimento da construção da prótese.

Figura 10 – a) Modelo da coroa ao lado do cilindro gerado no 3-matic. b) Cilindro transladado para dentro da coroa (vista em corte). c) Vista em corte da superfície criada com o comando “cut”. d) Vista em corte da segunda superfície criada com o comando “cut”.

Antes de gerar os elementos de volume para fazer a análise pelo MEF, fez-se necessário analisar a qualidade da malha da superfície. Uma malha com

elementos de má qualidade (triângulos malformados) pode ocasionar resultados imprecisos ou não confiáveis. No processo de digitalização a partir das imagens bidimensionais no Mimics, podem surgir ruídos, como regiões com geometrias pontiagudas, que geram elementos distorcidos.

O 3-matic possui ferramentas que podem ser utilizadas para melhorar a qualidade da malha. Dentre elas foram utilizadas: refazer a malha, diminuir ruídos e reduzir o tamanho dos elementos.

Na aba “Remesh”, foi utilizada a ferramenta “Adaptative Remesh” que permite transformar os triângulos em equiláteros, ao mesmo tempo em que preserva a geometria do modelo. O tamanho das arestas dos triângulos foi limitado a 0,4 mm. Logo após, foi utilizado o comando “Smooth” na aba “Fix”, que ‘diminui o “ruído” na malha, tornando-a mais suave. Esse comando foi executado com o método “Laplacian (2nd order)”, que usa um algoritmo mais avançado do que o de “Laplacian (1st order)”, garantindo uma suavização da malha com boa preservação da geometria. A diferença antes e após o tratamento pode ser vista na Figura 11.

Figura 11 – Malha de superfície antes e após os comandos “Smooth” e “Adaptative Remesh”.

Com a malha de superfície finalizada, foi criada a malha de volume utilizando o comando “Create Volume Mesh” na aba “Remesh” (Figura 12). Nas opções de criação, se optou por gerar elementos tetraédricos de 10 nós. O tamanho das arestas dos tetraedros foi limitado a 0,4 mm.

Figura 12 - Vista do modelo da prótese em corte com as malhas de volume geradas.

Com todas as malhas geradas, o modelo foi exportado para ser analisado pelo MEF no ANSYS. O 3-matic possui a opção de exportar o arquivo já formatado na linguagem APDL (ANSYS Parametric Design Language), através do comando “File/Export/ANSYS”, gerando-se um arquivo com a extensão “.cdb”. O arquivo pode ser aberto com o programa “Bloco de Notas” da Microsoft, para ser editado, e também pelo ANSYS Mechanical APDL, usando a função “File/Read Input From...”.

3.2.1. Camadas uniformes

Com o objetivo de estudar o efeito da espessura da porcelana de cobertura nas tensões residuais, outros modelos foram criados no 3-matic. Para isso, os mesmos procedimentos apresentados no item 3.2 foram utilizados, alterando-se apenas os valores dos deslocamentos da superfície no comando “Offset”. Neste trabalho, foram geradas coroas com porcelanas de cobertura de 1,0, 0,5 e 0,3 mm de espessura. As geometrias de 0,3 e 0,5 mm podem ser vistas na Figura 13.

Espessuras reais podem variar de 0,3 mm até 2,0 mm a depender da posição do dente na boca (espessuras menores nos dentes anteriores e maiores

nos posteriores) [76]. No entanto, devido à geometria complexa do dente, não foi possível realizar deslocamentos maiores que 1,0 mm sem, com isso, comprometer a geometria da superfície interna.

Figura 13 - Vistas em corte dos modelos com camadas variadas cujas maiores distâncias entre as superfícies são de a) 0,3 mm, b) 0,5 mm

As informações acerca do número de elementos de superfície e de volume e do número de nós para cada um dos modelos de camada uniforme exportados podem ser vistas na Tabela 2.

Tabela 2 – Quantidade de elementos de superfície e de sólidos para porcelana de cobertura (PC) e infraestrutura (IF) e número de nós para os modelos de camadas uniformes.

Espessura da PC (mm)	Número de nós	Elementos de superfície	Elementos de sólido (PC)	Elementos de sólido (IF)	Nº total de elementos
0,3	209.643	28.855	75.053	61.204	165.112
0,5	187.040	7.415	39.959	96.535	143.909
1,0	188.825	6.935	82.456	55.733	145.124

3.2.2. Camadas variáveis

Idealmente é muito difícil o protético produzir uma porcelana de cobertura com espessura uniforme ao longo de toda a coroa. Uma forma bastante utilizada é a construção de uma infraestrutura com um formato próximo à anatomia do dente (Figura 1) e a moldagem da cobertura seguida de alterações até que a prótese possua uma geometria que proporcione uma mordida correta. Esse processo resulta em espessuras não uniformes ao longo da geometria da prótese. Neste trabalho procurou-se avaliar o efeito dessas variações na espessura da porcelana de cobertura ao longo da geometria nas tensões residuais.

Para reproduzir a geometria da infraestrutura, foi aplicado o comando “smooth” com o método “Laplacian (1st order)” apenas na superfície interna. Por

possuir um algoritmo mais simples, os efeitos da suavização em relação à modificação da geometria são mais expressivos. Ao ser executado repetidas vezes, o processo de suavização faz com que a superfície tenda a ser mais plana, de forma que os ângulos de curvatura são aumentados gradativamente à medida que o comando é executado. Assim, a geometria pode ser modificada até, no limite, se tornar um plano.

O comando “smooth” foi então aplicado repetidamente a partir do modelo de 1,0 mm de espessura até que as distâncias entre as camadas atingissem os valores desejados. Foram geradas quatro coroas com espessuras variáveis ao longo da porcelana de cobertura, cujas maiores distâncias entre a superfície da infraestrutura e da cobertura fossem 1,5 mm, 2,0 mm, 2,5 mm e 3,0 mm (Figura 14).

Figura 14 - Vistas em corte dos modelos com camadas variadas cujas maiores distâncias entre as superfícies são de a) 1,5 mm, b) 2,0 mm, c) 2,5 mm e d) 3,0 mm.

As informações acerca do número de elementos de superfície e de volume e do número de nós para cada um dos modelos de camada variável exportados podem ser vistas na Tabela 3.

Tabela 3 - Quantidade de elementos de superfície e de sólidos para porcelana de cobertura (PC) e infraestrutura (IF) e número de nós para os modelos de camadas uniformes.

Maior espessura da PC (mm)	Número de nós	Elementos de superfície	Elementos de sólido (PC)	Elementos de sólido (IF)	Nº total de elementos
1,5	190.602	7.281	89.517	49.790	146.588
2,0	191.053	7.279	97.637	42.033	146.949
2,5	192.459	7.281	109.240	31.479	148.000
3,0	193.541	7.249	121.027	20.610	148.886

3.3. Cálculo das tensões residuais pelo MEF

Duas etapas de análise por elementos finitos foram realizadas para os cálculos das tensões residuais ao longo da geometria da prótese. Primeiramente, foi feita uma análise térmica transiente de transferência de calor. Nessa etapa, o modelo foi resfriado da temperatura de 700 °C (temperatura de saída do forno) até a temperatura ambiente por livre convecção entre a superfície e o ar. Os valores de temperaturas nodais ao longo do processo foram armazenados e utilizados como dados de entrada para a etapa seguinte, a análise estrutural, onde as tensões residuais foram calculadas e analisadas. Esta metodologia foi baseada nos trabalhos de DeHoff, Anusavice e Götzen (2006), DeHoff et al. (2008) e de Kim et al. (2018) [52,67,77], e cada etapa será explicada a seguir.

O material utilizado como porcelana de cobertura foi o Vita VMK68 body ceramic (Vident, Brea, CA) e para a infraestrutura uma Y-TZP. Os valores das propriedades térmicas e mecânicas utilizadas nas simulações foram retirados da literatura [52,67,77].

Todas as alterações feitas no modelo e a inserção de todos os dados no ANSYS foram feitas por linha de comando utilizando linguagem APDL e podem ser vistos no ANEXO A deste trabalho.

3.3.1. Análise térmica

O elemento sólido exportado pelo 3-matic é o SOLID187, um elemento tridimensional tetraédrico de 10 nós com um comportamento de deslocamento quadrático e 3 graus de liberdade em cada nó (translação nos eixos x, y e z) adequado para análises estruturais (Figura 15).

Figura 15 - Geometria, localização dos nós e o sistema de coordenadas para o elemento SOLID187 [68].

Para a análise térmica, foi necessário substituí-lo pelo elemento térmico SOLID87, similar ao SOLID187, diferindo-se por possuir apenas 1 grau de liberdade nos nós (temperatura nodal).

O elemento exportado pelo 3-matic para representar a superfície é o MESH200, que forma uma malha cujos nós não possuem graus de liberdade e, portanto, não contribuem para a solução. Por essa razão, foi substituído pelo SURF152, um elemento de superfície definido por 4 a 10 nós, próprio para análises térmicas tridimensionais (Figura 16). Esse elemento permite a aplicação de cargas térmicas diretamente nos nós e de efeitos de superfície, como convecção.

Figura 16 - Geometria, localização dos nós e o sistema de coordenadas para o elemento SURF152 [68].

Para que fossem considerados os efeitos das cargas convectivas nos cálculos, no item “Heat flux and convect loads K8”, das opções do elemento no

ANSYS, foi selecionada “Hf at surface TS”. O restante foi deixado nas configurações padrões.

Foram simulados dois tipos de resfriamento pelo uso de dois coeficientes de transferência de calor por convecção: $17 \text{ W/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$, representando um esfriamento controlado equivalente a $30 \text{ } ^\circ\text{C/min}$, e $60 \text{ W/m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$ para um resfriamento rápido a $200 \text{ } ^\circ\text{C/min}$ [67]. Os coeficientes foram aplicados às superfícies externas da prótese.

A superfície interna, que está na intersecção entre a cobertura e a infraestrutura, não tem função nem efeito algum para os resultados da simulação e, portanto, foi removida do modelo. No entanto, na região em que as camadas se interseccionam há sobreposição dos nós de ambos os materiais, mas sem ligações entre si. Se a simulação for realizada nessa condição, as temperaturas de uma camada não são transferidas para a outra. Portanto, é necessário executar o comando “Merge items” nos nós coincidentes para mesclá-los. Dessa forma, cria-se uma interação entre as camadas e a possibilidade de transmitir os efeitos de uma para outra.

Os valores utilizados de condutividade térmica (k) e calor específico (Cp) em função da temperatura podem ser vistos Tabela 4.

Tabela 4 – Valores de Calor Específico (Cp) e condutividade térmica (K) da VMK68 e Y-TZP para dadas temperaturas [52,67].

Temperatura	Cp VMK68 (J/Kg·C)	Cp Y-TZP (J/Kg·C)	K VMK68 (W/m·C)	K Y-TZP (W/m·C)
30	772,7	465,2	9,487	2,927
200	947,1	515,6	6,603	2,884
500	1.105,6	573,0	4,560	2,793
700	1.167,3	618,3	4,300	2,594

Análises transientes foram iniciadas na aba “Solutions” com o tempo variando de 0 a 3600 s, passo mínimo de 0,1 s e máximo de 10 s, e um número máximo de 100 iterações por passo. A temperatura inicial utilizada nos nós foi de $700 \text{ } ^\circ\text{C}$ [52] e a temperatura ambiente foi considerada como $30 \text{ } ^\circ\text{C}$. Os dados de temperaturas nodais de todos os passos foram armazenados ao longo da análise.

3.3.2. Análise estrutural

A análise estrutural foi realizada após a análise térmica. Inicialmente, os elementos térmicos SOLID87 e SURF152, foram substituídos pelos elementos similares, porém próprios para análises estruturais SOLID187 e SURF154. Para isso, os dados de entrada foram densidade, módulo de elasticidade, coeficiente de Poisson (Tabela 5), coeficiente de expansão térmica, os coeficientes para a função de relaxação de cisalhamento e os coeficientes para o cálculo das temperaturas fictícias.

Tabela 5 – Propriedades dos materiais usados na simulação [67].

Cerâmicas	Módulo de elasticidade, E (MPa)	Coeficiente de poisson, ν	Densidade, ρ (Kg/m³)
VMK68	66,5	0,21	2.400
Y-TZP	206,0	0,30	6.100

Os coeficientes para cálculo dos CETs dos estados sólidos e líquidos para os materiais considerados são listados na Tabela 6. Como a zircônia não apresenta relaxação estrutural nas temperaturas da simulação, para o presente trabalho, assumiu-se um comportamento linear elástico, não apresentando coeficientes para o cálculo do CET do líquido.

Tabela 6 – Constantes para coeficiente de expansão térmica para VMK68 e Y-TZP [51,67].

Cerâmicas	α_{g0}	α_{g1}	α_{g2}	α_{l0}	α_{l1}
VMK68	$8,01 \times 10^{-6}$	$4,76 \times 10^{-9}$	$-2,21 \times 10^{-12}$	$-2,78 \times 10^{-4}$	$5,05 \times 10^{-7}$
Y-TZP	$1,08 \times 10^{-5}$	0	0	0	0

Os coeficientes (C_i) e os tempos de relaxação de cisalhamento (λ_i) para cálculo da função de relaxação do cisalhamento estão presentes na Tabela 7. Não foram encontrados valores para os tempos de relaxação do volume para o cálculo das temperaturas fictícias na literatura para essa cerâmica. Todavia, para vidros a relaxação do volume ocorre de 4 a 20 vezes mais lentamente do que a relaxação de cisalhamento [45]. Para o presente trabalho foi considerado um tempo de relaxação

de volume igual a 1/10 do tempo de relaxação de cisalhamento.

Tabela 7 – Propriedades viscoelásticas da VMK68 a uma temperatura de referência de 700 °C [77].

Cerâmica	C₁	C₂	C₃	C₄	λ₁ (s)	λ₂ (s)	λ₃ (s)	λ₄ (s)
VMK68	0,996	0,003	0,0006	0,0004	0,01316	0,1	0,005	0,003

Após a inserção das propriedades dos materiais foi criada uma nova análise estática com o tempo variando de 0 a 600 s, com passo mínimo de 0,1 s e máximo de 10 s e um número máximo de 100 interações por passo. Para os dados de entrada de temperatura, foram usados os valores armazenados da análise térmica, tendo como temperatura de referência 700 °C. O deslocamento dos nós na região do cilindro foi travado em todas as direções. Os dados de todos os passos foram armazenados.

3.3.3. Análise dos resultados

Para cada modelo testado, foram analisadas as tensões principais na porcelana de cobertura, na interface entre as camadas, na infraestrutura e na região do sulco. Também foram analisadas as deformações na geometria.

Os modelos foram comparados entre si para se avaliar o efeito da espessura da porcelana de cobertura e da aplicação de diferentes taxas de resfriamento nas tensões residuais.

3.4. Materiais utilizados

Para as caracterizações e estudos da microestrutura e composição química foram escolhidos materiais comerciais mais comumente utilizados na odontologia brasileira. Para a infraestrutura foram utilizadas as zircônias ICE Zirkon Translucent e ICE Zirkon Translucent plus (Zirkonzahn, Gais, Itália). Esses materiais vêm de fábrica pré-sinterizados na forma de discos. Pedacos que sobraram da utilização em aulas e que seriam descartados foram doados pela professora Ligia Pinelli do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara-UNESP.

Para a porcelana de cobertura, foi adquirido para ser estudado o IPS

e.max Ceram (Ivoclar Vivadent). Esse material vem de fábrica na forma de pó.

3.5. Caracterização dos materiais

3.5.1. Preparação das amostras

3.5.1.1. IPS e.max Ceram

A preparação das amostras da porcelana de cobertura foi feita segundo o recomendado pelo fabricante.

Figura 17 – Visor do Forno Programat P310 com o programa de aquecimento para a IPS e.max Ceram.

O pó da amostra foi primeiramente umedecido com o Build-Up Liquid da Ivoclar Vivadent para ser moldado no formato desejado segundo o experimento o qual seria submetido e então levado ao forno. O forno utilizado foi o Programat P310 da Ivoclar Vivadent no laboratório de cerâmica do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara-UNESP. O programa de aquecimento usado foi o pré-configurado de fábrica para o IPS e.max Ceram (Figura 17). O tratamento inicia à temperatura de 450 °C, o vácuo é então aplicado e a amostra é aquecida até a temperatura de 750 °C a uma taxa de 50

°C/min. Logo após amostra passa por uma isoterma durante 1 minuto nessa temperatura e depois é resfriada até a temperatura ambiente à medida em que a tampa do forno é aberta lentamente.

3.5.1.2. ICE Zirkon Translucent e ICE Zirkon Translucent Plus

As peças de zircônia foram lixadas até as dimensões desejadas segundo o experimento as quais seriam submetidas e então levadas ao forno elétrico de carregamento pela base (modelo DELTECH DT-31-RS-78-E3504) seguindo as recomendações de aquecimento pelo fabricante. As amostras foram aquecidas até 1500 °C a 5 °C/min, seguido de uma isoterma a 1500 °C por 2 horas. Depois, o forno foi desligado e aguardou-se até atingir a temperatura ambiente para que as amostras fossem retiradas.

3.5.2. Distribuição do tamanho de partículas

A granulometria do IPS e.max Ceram foi caracterizada por espalhamento de laser a baixo ângulo com o equipamento ANALYSETTE 22 da marca FRITSCH, do Laboratório de Vidros do Departamento de Engenharia de Materiais da EESC-USP.

3.5.3. Densidade

Picnometria de hélio foi realizada para determinar as densidades reais dos pós dos materiais. O ensaio foi realizado no equipamento ULTRAPYC 1200e da Quantachrome Instruments do Laboratório de BET e Caracterização de Pós do Departamento de Engenharia de Materiais da EESC-USP. As zircônias foram moídas separadamente em um almofariz de ágata com pistilo e o pó foi ensaiado.

Para as amostras sinterizadas, foram realizadas medições das densidades aparentes pelo princípio de Arquimedes. O experimento foi realizado no Laboratório de Materiais Vítreos (LaMaV) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar). As amostras foram ensaiadas utilizando uma balança da METTLER TOLEDO.

A partir dos valores de densidade medidos antes e após o tratamento

térmico, fez-se uma estimativa da porcentagem de porosidade (%P) do material pela equação (12):

$$\%P = 100 - \left(\frac{\rho_{sinterizado}}{\rho_{pó}} * 100 \right) \quad (12)$$

em que ρ é a densidade.

3.5.4. Difração de Raios X

Foram realizadas análises de difração em amostras de zircônia e porcelana de cobertura. Para as zircônias, foram selecionadas peças com faces planas para a difração. Na porcelana de cobertura foram realizados dois ensaios, um do pó da amostra antes do tratamento térmico e outra após a queima. No segundo caso, a amostra foi lixada no formato de uma barra de seção transversal retangular plana. Uma difração de raios X foi realizada nessa amostra para identificar as fases presentes após a queima.

O equipamento utilizado para o experimento foi um difratômetro de raios X da marca Rigaku, modelo Ultima IV, do laboratório de difração de raios X do IFSC-USP. As seguintes condições de operação foram utilizadas para as amostras: Cu K α (40 KV/ 30 mA), velocidade do goniômetro de 0,02° por passo e 2° por minuto. O ângulo de difração variou de 20° a 80° em 2 θ .

As interpretações dos espectros foram efetuadas por comparação com padrões a partir de fichas da base de dados do banco de dados de estruturas cristalinas da Inorganic Crystal Structure Database (ICSD).

3.5.5. Análise química

As zircônias e a porcelana foram analisadas por fluorescência de raios X (FRX) no Laboratório de Caracterização Tecnológica (LCT) da Escola Politécnica da USP.

Os teores dos elementos químicos compreendidos entre o flúor e o urânio foram determinados em amostra prensada, na calibração STD-1 (Standardless), relativa à análise sem padrões, em espectrômetro de fluorescência de raios X, marca PANalytical, modelo Zetiu. A perda ao fogo (PF) foi efetuada a 1.020 °C por 2 h. Os valores expressos foram normalizados a 100%.

3.5.6. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Calorimetria diferencial de varredura (DSC do inglês Differential Scanning Calorimeter) foi realizada na porcelana de cobertura para identificar a temperatura de transição vítrea e eventualmente outros fenômenos térmicos durante o aquecimento do material. O ensaio foi realizado no equipamento de modelo DSC 404 F1 da marca NETZCH do Laboratório de Análises Térmicas do Departamento de Engenharia de Materiais da EESC-USP.

A análise foi realizada de 25 até 1200 °C a 10 °C/min, seguida de uma isoterma de 10 minutos e resfriamento até a temperatura ambiente a 10 °C/min

3.5.7. Análise termogravimétrica

Três análises termogravimétricas foram realizadas para a porcelana de cobertura a fim de se identificar a presença de elementos voláteis em elevada temperatura ou matéria orgânica. As análises foram realizadas no equipamento Thermogravimetric Analyzer Modelo Pyris 1 TGA da PerkinElmer do Laboratório de Caracterização de Polímeros do Departamento de Engenharia de Materiais da EESC-USP.

Na primeira análise, uma amostra de 5 mg foi aquecida de 20 a 750 °C a 10 °C/min em atmosfera de nitrogênio, seguida de isoterma de 10 min em ar sintético. Na segunda análise, o mesmo procedimento foi aplicado em uma amostra de 13 mg. Na terceira análise, uma amostra de 13 mg foi aquecida de 20°C a 750 °C a 5 °C/min em nitrogênio.

3.5.8. Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

Foram realizadas análises micrográficas dos pós da porcelana de

cobertura antes e após o tratamento térmico (subitem 3.5.1.1). O pó da amostra sinterizada foi obtida a partir da moagem em um almofariz.

As análises foram realizadas no Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET) modelo JEOL JEM 2100 do Laboratório de Microscopia Eletrônica do IQSC-USP. Um pouco de pó da porcelana foi colocado em um ependorf e o volume completado com álcool isopropanol. A mistura foi então agitada por 1 h em um banho de ultrassom para dispersar as partículas no líquido. Com uma micropipeta, uma gota da solução foi extraída e colocada em um grid de cobre com filme de carbono para ser analisada. As análises foram feitas a 200 kV. Também foram realizadas difrações de elétrons para determinação da cristalinidade ou não das amostras.

3.5.9. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Uma análise micrográfica da porcelana de cobertura após a queima foi realizada no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) modelo Inspect F50 do Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura do Departamento de Engenharia de Materiais da EESC-USP.

A amostra teve a superfície inicialmente lixada e polida com suspensão aquosa de óxido de Cério contendo zirconita (Engecer). Logo após, a amostra foi atacada por solução aquosa de ácido fluorídrico (HF) 1% por 30 s. Um recobrimento de platina foi realizado para que amostra cerâmica pudesse ser analisada.

3.5.10. Análise Dilatométrica

Foi realizada uma análise dilatométrica para se determinar o coeficiente de expansão térmica tanto da zircônia quanto da porcelana de cobertura. Além disso, para o IPS emax Ceram, o ensaio também foi utilizado para se determinar a temperatura de transição vítrea. Três amostras foram ensaiadas para cada um dos materiais.

Para a zircônia, foi feito um aquecimento da temperatura ambiente até 1000 °C a 5 °C/min, seguido de uma isoterma de 10 min, e resfriamento até a temperatura ambiente a 5 °C/min.

Para a porcelana de cobertura, não foi possível realizar o ensaio até a mesma temperatura máxima da zircônia, porque o material passa por transição vítrea a uma temperatura inferior e amolece, impossibilitando as medidas um pouco após esse evento. Portanto, foi realizado um aquecimento da temperatura ambiente até 540 °C, temperatura de amolecimento da amostra segundo o fabricante, a uma taxa 5 °C/min, seguido de um resfriamento a 5 °C/min até a temperatura ambiente sem passar por isoterma. Para anular os efeitos da história térmica do material, para cada amostra, o ensaio foi realizado duas vezes e a segunda foi utilizada para o cálculo do CET e identificação da temperatura de transição vítrea.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Cálculo das tensões residuais

4.1.1. Análise estrutural

Os resultados para as tensões principais na superfície da porcelana de cobertura com 1,0 mm com o coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$ (taxa de resfriamento de 30°C/min) de espessura podem ser vistos na Figura 18.

Figura 18 – Tensões principais na superfície da porcelana de cobertura de 1,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$ (valores em MPa).

É possível observar que, apesar de a porcelana de cobertura possuir espessura uniforme, as tensões ao longo de sua superfície variam devido à complexidade da geometria de 28 a 140 MPa. Na região da aresta transversal (Figura 18) foram observadas as maiores tensões residuais de tração, chegando a 307 MPa.

Na Figura 19 está presente a seção transversal da camada da porcelana de cobertura mostrando as tensões ao longo da espessura. É possível observar o gradiente de tensões ao longo da espessura da porcelana, em que os

maiores valores estão na região de interface com a infraestrutura de zircônia e diminuem gradativamente à medida que se aproximam da superfície exterior. A parte inferior do modelo, cujos valores de tensão são mais elevados, apresenta uma geometria mais complexa por ter sido recortada de um dente original e não foi possível manter elementos com qualidade satisfatória. Portanto, tais elementos não serão considerados.

Figura 19 - Tensões principais ao longo da espessura da porcelana de cobertura de 1,0 mm e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$ (valores em MPa).

Os valores das tensões na superfície e ao longo da espessura da infraestrutura podem ser vistos na Figura 20 e na Figura 21.

Figura 20 - Tensões principais na superfície da infraestrutura com PC de 1,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$ (valores em MPa).

Figura 21 - Tensões principais ao longo da espessura da infraestrutura com PC de 1,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$ (valores em MPa).

As tensões na infraestrutura, em sua maioria, são compressivas (valores negativos) na interface com a porcelana de cobertura e ao longo da espessura. As tensões de tração (positivas) na região do pilar surgiram devido ao travamento dos nós, impedindo que se movimentassem no aquecimento e resfriamento. Já a região inferior com tensões muito elevadas foi desconsiderada como já explicado anteriormente. É possível observar uma região sob tração na interface com a porcelana de cobertura, com tensões chegando a 135 MPa. Nota-se ainda que esse local coincide com a região da aresta interna do dente, submetida às maiores tensões também na porcelana de cobertura.

Os resultados das deformações totais da porcelana de cobertura e da infraestrutura podem ser vistos na Figura 22 e na Figura 23.

Na porcelana de cobertura as maiores deformações ocorreram na região do sulco. Além disso, a diferença entre os pontos de maior e menor deformação chega a ser de uma ordem de grandeza. Também é possível observar que os valores de deformação na porcelana de cobertura são aproximadamente dez vezes maiores que as na infraestrutura.

Figura 22 - Deformações mecânicas totais na porcelana de cobertura com 1,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Figura 23 – Deformações mecânicas totais na infraestrutura com PC de 1,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Além disso, ao se comparar a Figura 18 com a Figura 22 e a Figura 20 com a Figura 23, nota-se que as regiões com maiores tensões coincidem com as regiões que sofreram maiores deformações.

Os resultados das tensões na superfície e ao longo da espessura da porcelana de cobertura de 1,0 mm de espessura e da infraestrutura com o coeficiente de convecção de $60 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$ (taxa de resfriamento de $200 \text{ }^\circ\text{C/min}$) podem ser vistos na Figura 24.

Figura 24 - Tensões principais no modelo com PC de 1,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $60 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$ em a) superfície de PC, b) ao longo da espessura de PC, c) superfície de IF e d) ao longo da espessura de IF (valores em MPa).

Da análise da Figura 24, observa-se que o comportamento do modelo foi parecido com o de resfriamento a $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$. No entanto, as tensões foram maiores, variando de 42 a 230 MPa na superfície da cobertura, 430 MPa na aresta interna, 71 MPa na interface e 83 MPa na infraestrutura.

Os resultados para os demais modelos com diferentes espessuras são análogos ao que foi discutido para o de 1,0 mm, com variações apenas nas magnitudes das tensões principais e podem ser vistos da Figura 25 à Figura 36, sendo as tensões principais em MPa a) na superfície da PC, b) ao longo da espessura da PC, c) na superfície da IF e d) ao longo da espessura da IF.

Figura 25 - PC de 0,3 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Figura 26 - PC de 0,3 mm de espessura e coeficiente de convecção de $60 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Figura 27 - PC de 0,5 mm de espessura e coeficiente de convecção de 17 W/m^2 .

Figura 28 - PC de 0,5 mm de espessura e coeficiente de convecção de 60 W/m^2 .

Figura 29 - PC de 1,5 mm de espessura máxima e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Figura 30 - PC de 1,5 mm de espessura máxima e coeficiente de convecção de $60 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Figura 31 - PC de 2.0 mm de espessura máxima e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Figura 32 - PC de 2,0 mm de espessura máxima e coeficiente de convecção de $60 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Figura 33 - PC de 2,5 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Figura 34 - PC de 2,5 mm de espessura e coeficiente de convecção de $60 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Figura 35 - PC de 3,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Figura 36 - PC de 3,0 mm de espessura e coeficiente de convecção de $60 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

O resumo das máximas tensões principais na porcelana de cobertura, na interface entre as camadas, na infraestrutura e na aresta interna podem ser vistos graficamente na Figura 37 e separado por coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$ na Tabela 8 e de $60 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$ na Tabela 9.

Figura 37 – Resumo das tensões máximas calculadas para os modelos com coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$ e $60 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Tabela 8 – Máximas tensões principais para os modelos com coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

17 W/m ² ·°C		Tensões (MPa)		
Espessura (mm)	Cobertura (Mín. - Máx.)	Interface	Infraestrutura	Aresta transversal
0,3	37,0 - 66,5	76,2	42,0	114,7
0,5	41,8 - 100,2	129,3	65,2	158,5
1,0	28,0 - 140,0	179,1	99,5	307,0
1,5	15,5 - 123,7	159,8	62,0	304,1
2,0	8,4 - 144,4	189,7	24,9	371,0
2,5	2,5 - 135,3	179,5	-42,0	356,6
3,0	1,4 - 126,3	219,9	-163,8	285,0

Tabela 9 - Máximas tensões principais máximas para os modelos com coeficiente de convecção de $60 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

$60 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$		Tensões (MPa)		
Espessura (mm)	Cobertura (Mín. - Máx.)	Interface	Infraestrutura	Aresta transversal
0,3	176,4 - 338,3	419,2	180,8	500,1
0,5	120,0 - 289,4	373,9	188,0	500,5
1,0	42,4 - 235,0	283,2	150,9	428,1
1,5	23,0 - 191,6	247,8	88,9	472,9
2,0	11,1 - 202,1	265,8	32,8	520,0
2,5	2,7 - 204,7	255,2	-50,5	406,8
3,0	1,5 - 141,0	280,5	-130,6	315,4

A partir da análise dos resultados nota-se que uma taxa de resfriamento maior implica em tensões maiores. Esse fenômeno foi observado em todas as espessuras e em todas as regiões. Kim e colaboradores também observaram esse fenômeno em suas simulações com uma porcelana à base de fluorapatita e infraestrutura de zircônia [67].

DeHoff, Anusavice e Götzen fizeram simulações com coeficiente de convecção de $34 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$ em uma prótese com cobertura à base de fluorapatita e infraestrutura de dissilicato de lítio [52]. No presente trabalho, simulações utilizando essa taxa resultaram em valores de tensões intermediários aos de 17 e $60 \text{ W/m}^2\cdot^\circ\text{C}$.

Observa-se que a porcelana de cobertura apresenta somente tensões de tração, enquanto a infraestrutura apresenta regiões predominantemente em compressão, mas de tração em uma pequena região abaixo da aresta inferior. À medida que a espessura da camada foi aumentada e, conseqüentemente, a distância da infraestrutura até a aresta, as tensões de tração diminuíram até um ponto em que, no modelo de 2,5 mm, toda a infraestrutura se encontrasse totalmente em compressão para ambas as taxas de resfriamento.

Além disso, as maiores tensões na cobertura foram sempre maiores que as na infraestrutura, o que também foi observado por DeHoff e Anusavice [52]. No entanto, para Kim e colaboradores [67], as tensões na infraestrutura foram

maiores que as da cobertura. No primeiro trabalho, a espessura não é citada, já no segundo, a espessura da cobertura foi de 1,5 mm.

Ao se comparar as tabelas, também se pode observar que a taxa de resfriamento não só altera as tensões de um modelo para o outro, como também afeta o comportamento do material com a variação da espessura da porcelana de cobertura. Isso pode ser observado em todas as regiões analisadas:

- Cobertura: em ambos os casos não foram observadas grandes alterações nas tensões com o aumento da espessura acima de 1,0 mm, no entanto, para espessuras menores, enquanto que com um coeficiente de convecção de $17 \text{ W/m}^2\text{-}^\circ\text{C}$ as tensões tenderam a diminuir, com $60 \text{ W/m}^2\text{-}^\circ\text{C}$ elas tenderam a aumentar. Já para as tensões mínimas, só se observou diferença significativa entre as taxas nas espessuras de 0,3 e 0,5 mm.
- Interface: com $17 \text{ W/m}^2\text{-}^\circ\text{C}$, com o aumento da espessura observou-se uma tendência de aumento nas tensões. Já com $60 \text{ W/m}^2\text{-}^\circ\text{C}$, observou-se que as maiores tensões ocorreram nas espessuras de 0,3 e 0,5 mm, não havendo grandes diferenças entre os demais valores.
- Infraestrutura: com $17 \text{ W/m}^2\text{-}^\circ\text{C}$, as maiores tensões ocorreram na espessura de 1,0 mm, sendo observada uma tendência de redução dos valores tanto no aumento quanto na redução da espessura. Já com $60 \text{ W/m}^2\text{-}^\circ\text{C}$, as maiores tensões se localizaram nas espessuras de 0,3 e 0,5 mm, seguidas de uma tendência de redução dos valores com o aumento da espessura.
- Aresta transversal: em $17 \text{ W/m}^2\text{-}^\circ\text{C}$, as menores tensões se apresentaram nas menores espessuras, enquanto que com $60 \text{ W/m}^2\text{-}^\circ\text{C}$ não se observou redução das tensões com a diminuição das espessuras. Além disso, em ambos os casos, observou-se uma redução das tensões em 3,0 mm.

Como a porcelana de cobertura pode ser confeccionada em diferentes espessuras, a depender da localização do dente (posterior ou anterior) e de sua geometria, é importante atentar para os efeitos da taxa de resfriamento ao longo das diferentes camadas.

Com os resultados obtidos, observou-se que, apesar de em todos os casos as tensões serem maiores em altas taxas, tal diferença é minimizada à medida que a espessura é aumentada. Nesse caso, o resfriamento rápido não seria tão problemático em comparação com o lento e poderia ser até recomendado para fins de economia de tempo e de energia em próteses com camadas de porcelana de cobertura mais espessas.

Em próteses com camadas mais finas, a discrepância entre as tensões nas diferentes taxas foi mais pronunciada. Tendo em vista que tensões de tração na porcelana de cobertura são prejudiciais para o desempenho final da prótese, recomendar-se-ia utilizar taxas de resfriamento menores.

4.2. Caracterização dos materiais

4.2.1. Distribuição do tamanho de partículas

Os resultados da análise granulométrica por espalhamento de laser de baixo ângulo podem ser vistos na Tabela 10 e a distribuição do tamanho de partículas do pó na Figura 38 para o IPS e.max Ceram como fornecido pelo fabricante.

Tabela 10 – Resultados da análise de classificação granulométrica por espalhamento de luz laser de baixo ângulo para o IPS e.max Ceram.

IPS e.max Ceram	
Área Superficial	0,502 m ² /g
Área Específica	
D(0.1)	2,3 µm
D(0.5)	21,8 µm
D(0.9)	59 µm

Figura 38- Distribuição do tamanho de partícula do pó de IPS e.max Ceram.

A distribuição apresenta $D(0.9)$ de 59 μm . Segundo o fabricante, a matéria-prima é moída de forma que o tamanho médio de partículas varie entre 30 e 36 μm . Assim, pigmentos utilizados para modificar a cor do material, que possuem granulometria em torno de 5 a 10 μm , podem facilmente ser misturados de forma proporcionar uma coloração homogênea [78]. No entanto, os resultados mostram que a distribuição do tamanho de partículas é ampla, variando entre 0,5 e 100 μm .

Ainda da análise da Figura 38, observam-se três faixas de tamanhos de partículas foram combinados para formar a distribuição granulométrica total: uma que abrange os finos com o pico localizado em torno de 2 μm , outra que envolve partículas medianas com o pico aproximadamente em 20 μm , e uma terceira região que engloba a fração mais graúda das partículas com um pico próximo a 50 μm .

Uma distribuição granulométrica com essas características, ou seja, com frações de partículas aparentemente moídas em diferentes faixas granulométricas e misturadas, em geral, é produzida para promover o melhor empacotamento das partículas à verde. O preenchimento dos espaços vazios no empacotamento das partículas maiores pelas menores favorece o empacotamento pela redução do volume de vazios [79]. Assim, é possível reduzir ao máximo o número de poros na porcelana sinterizada. Durante a queima da porcelana de cobertura, o fabricante ainda recomenda a aplicação de vácuo, contribuindo para a redução da porosidade que naturalmente surgiria no processo de sinterização das partículas, devido ao aprisionamento de gases.

4.2.2. Densidade

Os valores das densidades das amostras pré-sinterizadas e após sinterização, bem como a estimativa das porosidades podem ser vistos na Tabela 11.

Tabela 11 – Densidades dos materiais pré-sinterizados (picnometria de He), após sinterização (Arquimedes) e porosidades dos materiais usados no trabalho.

Materiais	Densidade picnometria (g/cm ³)	Densidade Arquimedes (g/cm ³)	Porosidade (%)
IPS e.max Ceram	2,591	2,434	6,06
Zirkon Translucent	6,222	5,979	3,91
Zirkon Translucent Plus	6,244	6,016	3,65

Tang e colaboradores mediram valores de densidade para o IPS e.max Ceram variando entre 2,473 e 2,503 g/cm³ a depender do número de vezes em que passou pelo processo de queima [80], aumento que pode ser resultado tanto da densificação devido à eliminação de poros, quanto à cristalização do material. É de se esperar que os valores medidos por Arquimedes sejam mesmo inferiores aos resultantes de picnometria, uma vez que a picnometria mede o volume total do material sem poros, já que as amostras utilizadas estava na forma de pó fino, enquanto a densidade medida após a queima do material pelo princípio de Arquimedes leva em consideração o volume devido à porosidade do material [81]. DeHoff fez medidas de densidade em outra porcelana de cobertura a base de fluorapatita (IPS Empress® 2 veneer – Ivoclar Vivadent) e obteve uma densidade de 2,531 g/cm³.

Segundo o fabricante, as zircônias possuem densidade de 6,00 g/cm³ após a queima, valor condizente com os encontrados na literatura para a Y-TZP, que pode variar entre 6,00 e 6,10 g/cm³ a depender da marca [82,83]. Os valores medidos no presente trabalho estão, portanto, de acordo com o fabricante.

Apesar de o tratamento térmico da IPS e.max Ceram passar por vácuo, ainda foi observada a presença de aproximadamente 6% de porosidade. Seria

necessário realizar um tratamento similar sem a aplicação de vácuo para comparar e avaliar o efeito desse fator na porosidade. Para as zircônias, a porosidade estimada foi de 3,5 a 4,0%.

4.2.3. Difração de Raios X

4.2.3.1. IPS e.max Ceram

Para o IPS e.max Ceram, os difratogramas do pó antes e após a queima da amostra no formato de barra, podem ser vistos respectivamente na Figura 39.

No difratograma do pó sem tratamento térmico, não é possível identificar com clareza nenhuma fase devido ao ruído presente. Todavia, é possível notar a presença de uma banda larga com pico em aproximadamente 26° característica de materiais amorfos. No difratograma da barra após a queima também se vê muito ruído e nenhuma presença clara de fases cristalinas.

Tang e colaboradores aplicaram o mesmo tratamento térmico descrito no item 3.5.1.1 e identificaram a presença de fluorapatita ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$) e cassiterita (SnO_2) pela análise do difratograma, após dois ciclos de queima [80].

Figura 39. Difratograma do pó de IPS e.max Ceram sem tratamento e da barra após a queima.

De acordo com o fabricante, os cristais de fluorapatita já estão presentes no pó antes do tratamento térmico e a quantidade e formato dos cristais presentes não são alterados durante o processamento na clínica, que é conduzida a até 750 °C. Isso é assegurado, pois na fabricação a cristalização ocorre entre 850 e 1150 °C durante um período de mais de uma hora, enquanto todos os ciclos de queima subsequentes, no laboratório de próteses dentárias, são realizados em temperaturas mais baixas [78].

Uma terceira amostra foi então preparada e deixada em um forno comum, sem vácuo a 800 °C por 24 h e, posteriormente, uma das superfícies do material sinterizado resultante foi preparada para uma nova difração de raios X, que pode ser visto na Figura 40.

Figura 40 – Difratoograma da amostra IPS e.max Ceram após passar 24 h em um forno a 800 °C.

É possível observar que houve cristalização do material, mas uma banda típica de fase amorfa ainda pode ser identificada, mostrando que o material é parcialmente vítreo. Após uma busca no Inorganic Crystal Structure Database (ICSD) e a partir da ficha 64957 identificou-se o feldspato (K,Na)(AlSi₃O₈) como a

fase cristalina presente.

As intensidades relativas e ângulos dos picos de difração, assim como as correspondentes distâncias interplanares para o IPS e.max Ceram tratado a 800 °C por 24 h podem ser vistos na Tabela 12, comparados ao feldspato (K,Na)(AlSi₃O₈).

Comparando-se os picos no difratograma do o IPS e.max Ceram tratado a 800 °C por 24 h com os do feldspato (K,Na)(AlSi₃O₈) (ICSD-64957), o maior desvio entre as distâncias interplanares observado foi de 2,13%, sendo este o único maior que 2% dentre os 20 picos comparados. Não foram observados picos de DRX da fluorapatita, como mostram os difratogramas da Figura 41, embora os mesmos possam estar ocultos por sua eventual baixa proporção na microestrutura do material, após a cristalização do feldspato.

Figura 41 – Difratograma IPS e.max Ceram após passar 24 h em um forno a 800 °C em comparação com os da Fluorapatita e do Feldspato (K,Na)(AlSi₃O₈).

Tabela 12 - Comparação entre as intensidade relativa (Int. Rel.), ângulos de difração (2θ) e distâncias interplanares dos picos de difração para o IPS e.max Ceram tratado a 800 °C por 24 h, comparado ao feldspato (K,Na)(AlSi₃O₈).

Pico	Int. Rel _{IPS24h} (%)	Int. Rel _{Feldspato} (%)	$2\theta_{IPS24h}$ (°)	$2\theta_{Feldspato}$ (°)	d_{hkl} - IPS24h (Å)	d_{hkl} - Feldspato (Å)	Desvio em d_{hkl} (%)
1	66,13	55,82	21,18	21,6	4,195	4,114	1,92
2	38,15	20,07	22,64	23,1	3,927	3,850	1,97
3	79,92	74,14	23,58	24,1	3,773	3,693	2,13
4	31,06	13,56	24,62	25,1	3,616	3,548	1,88
5	50,34	44,51	25,86	26,3	3,445	3,389	1,64
6	89,69	100,00	27,72	27,5	3,218	3,243	-0,78
7	50,87	74,26	28,20	28,1	3,164	3,175	-0,35
8	58,77	55,46	29,94	30,4	2,984	2,940	1,48
9	41,77	28,03	30,76	31,3	2,907	2,858	1,68
10	28,78	21,38	32,42	32,9	2,762	2,722	1,42
11	49,53	37,16	34,90	35,4	2,571	2,536	1,37
12	20,08	8,52	37,16	37,7	2,419	2,386	1,38
13	21,69	10,90	37,98	38,3	2,369	2,350	0,80
14	28,11	23,38	41,60	42,1	2,171	2,146	1,13
15	20,75	13,62	45,52	45,8	1,993	1,981	0,58
16	18,61	11,75	46,24	46,6	1,963	1,949	0,73
17	19,28	12,54	47,58	47,9	1,911	1,899	0,63
18	33,20	32,08	51,08	51,3	1,788	1,781	0,40
19	23,70	21,87	61,96	62,4	1,498	1,488	0,63
20	19,67	12,66	73,72	74,00	1,285	1,281	0,32

4.2.3.1. Zircônias

A partir dos dados obtidos da difração de raios X, o material do substrato foi identificado como uma zircônia tetragonal com Ítria (Y-TZP), correspondente à da ficha ICSD-075309. Os difratogramas da amostra de ICE Zirkonzahn Translucent e da ICE Zirkonzahn Translucent Plus podem ser

visualizados juntamente com o da Y-TZP na Figura 42. Um pequeno traço da fase monoclínica pode ser observado em $28,16^\circ$ na ICE Zirkon Translucent [83].

Figura 42 - Difratoograma das zircônias analisadas e de uma Y-TZP.

A comparação entre os valores de intensidades relativas entre os picos de difração, os ângulos de espalhamento e as distâncias interplanares para a ICE Zirkonzahn Translucent e a Y-TZP pode ser vista na Tabela 13, e para a ICE Zirkonzahn Translucent Plus com a Y-TZP na Tabela 14. O desvio é relacionado às distâncias interplanares.

Dentre os picos identificados nos difratogramas, comparados aos da Y-TZP, o maior desvio entre as distâncias interplanares calculado foi de 0,52% na ICE Zirkon Translucent e 0,32% na ICE Zirkon Translucent Plus. Portanto, os materiais são, de fato, Zircônias tetragonais policristalinas estabilizadas com Ítria.

Tabela 13 – Comparação entre os valores de intensidade relativa dos picos de difração (Int. Rel.), ângulo de difração (2θ) e distâncias interplanares para a ICE Zirkonzahn Translucent e a Y-TZP.

Pico	Int. Rel. _{zirkon} (%)	Int. Rel. _{Y-TZP} (%)	2θ _{zirkon} (°)	2θ _{Y-TZP} (°)	d_{hkl} - zirkon (Å)	d_{hkl} - Y-TZP (Å)	Desvio em d_{hkl} (%)
1	100,0	100,0	30,12	30,13	2,967	2,963	0,12
2	8,60	7,70	34,64	34,72	2,589	2,582	0,30
3	15,2	13,4	35,10	35,05	2,557	2,558	-0,07
4	36,2	17,8	50,16	50,40	1,819	1,809	0,52
5	10,9	10,4	59,32	59,42	1,558	1,554	0,23
6	18,4	20,0	59,92	59,85	1,544	1,544	-0,03
7	6,00	4,80	62,72	62,65	1,481	1,482	-0,02
8	3,20	1,50	73,10	73,27	1,294	1,291	0,28
9	5,10	3,30	74,40	74,05	1,275	1,279	-0,33

Tabela 14 - Comparação entre os valores de intensidade relativa dos picos de difração (Int. Rel.), ângulo de difração (2θ) e distâncias interplanares para a ICE Zirkonzahn Translucent Plus e a Y-TZP.

Pico	Int. Rel. _{plus} (%)	Int. Rel. _{Y-TZP} (%)	2θ _{plus} (°)	2θ _{Y-TZP} (°)	d_{hkl} - plus (Å)	d_{hkl} - Y-TZP (Å)	Desvio em d_{hkl} (%)
1	100,0	100,0	30,16	30,13	2,963	2,963	-0,01
2	10,2	7,70	34,62	34,72	2,591	2,582	0,35
3	13,3	13,4	35,10	35,05	2,557	2,558	-0,07
4	35,2	31,2	50,14	50,161	1,819	1,817	0,12
5	18,9	17,8	50,50	50,40	1,807	1,809	-0,11
6	11,5	10,4	59,32	59,42	1,558	1,554	0,23
7	21,4	20,0	60,00	59,85	1,542	1,544	-0,15
8	6,30	4,80	62,72	62,65	1,481	1,482	-0,02
9	2,70	1,50	73,28	73,27	1,292	1,291	0,07

4.2.4. Análise química

4.2.4.1. IPS e.max Ceram

A análise química do IPS e.max Ceram em comparação com o divulgado pelo fabricante pode ser vista na Tabela 15.

É possível observar que somente a zircônia (ZrO_2) não apresentou um valor dentro dos limites estabelecidos pelo fabricante. Os óxidos SrO , B_2O_3 e TiO_2 , embora citados como componentes adicionais, não possuem as quantidades divulgadas. Já os elementos lítio e boro não são quantificados pela técnica de fluorescência de raios X por serem muito leves, mas suas quantidades devem ser pequenas já que a dos demais caíram dentro dos especificados pelo fabricante. Além dos elementos divulgados, foram encontrados Y_2O_3 , SnO_2 e CeO_2 em menores proporções. Este último pode estar relacionado com a preparação da superfície da amostra, proveniente do agente de polimento utilizado, assim como o excesso de ZrO_2 observado.

Tabela 15 – Resultados da análise química para IPS e.max Ceram em comparação com o divulgado pelo fabricante [78].

Componente	Informações do Fabricante	Análise química
SiO_2 (%)	60,0-65,0	60,5
LiO_2 (%)	1,0-2,0	-
Na_2O (%)	6,0-9,0	8,35
K_2O (%)	6,0-8,0	7,93
CaO (%)	1,0-3,0	2,05
ZnO (%)	2,0-3,0	2,6
Al_2O_3 (%)	8,0-12,0	9,57
ZrO_2 (%)	1,0-1,5	2,07
P_2O_5 (%)	0,1-1,0	0,47
F (%)	1,0-2,0	1,64
SrO (%)	Não especificado	1,9
B_2O_3 (%)	Não especificado	-
TiO_2 (%)	Não especificado	1,62
Y_2O_3 (%)	-	0,16
SnO_2 (%)	-	0,15
CeO_2 (%)	-	0,31
PF (%)		0,47

Segundo o fabricante, o IPS e.max Ceram é uma vitrocerâmica composta por vidro de sílica e cristais de fluorapatita ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$). Li_2O , B_2O_3 e F são adicionados para promover a sinterização e o molhamento da superfície da

infraestrutura durante a queima. Já a alumina (Al_2O_3) e a zircônia (ZrO_2) melhoram a resistência química, a estabilidade térmica e a resistência mecânica do material. Os óxidos de metais alcalinos K_2O e Na_2O são importantes para ajustar o coeficiente de expansão térmica do material e a temperatura de processamento. Por último, CaO , P_2O_5 e F , são componentes obrigatório para a precipitação de fluorapatita [78].

Apesar de fundamentais para a formação de fluorapatita, os componentes CaO , P_2O_5 e F , apresentam-se em quantidades relativamente baixas (2,05%, 0,47% e 1,64% respectivamente). Após o tratamento de 24 h mencionado no item 4.2.3, a não formação de mais $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$, acima do limite de resolução do DRX de ~5%, pode ser devido ao esgotamento dos principais elementos formadores dessa fase. Entretanto, a abundância dos constituintes (Si , Al e K) somada à temperatura e ao tempo suficientes proporcionaram a formação do feldspato.

4.2.4.2. Zircônias

Na Tabela 16, são mostrados os resultados da análise química em comparação com o divulgado pelo fabricante para as zircônias.

Tabela 16 - Resultados da análise química para ICE Zirkon Translucent e ICE Zirkon Translucent Plus em comparação com o divulgado pelo fabricante [84].

Componente	Informações do fabricante	ICE Zirkon Translucent	ICE Zirkon Translucent Plus
ZrO_2 (%)	Componente principal	91,2	91,4
Y_2O_3 (%)	4,0-6,0	5,44	5,5
Al_2O_3 (%)	<1,0	0,28	0,05
SiO_2 (%)	máx. 0,02	0,1	0,03
Fe_2O_3 (%)	máx. 0,01	0,03	0,02
Na_2O (%)	máx. 0,04	0,06	0,05
NiO (%)	-	0,04	0,05
Nd_2O_3 (%)	-	0,18	0,24
HfO_2 (%)	Não especificado	1,94	1,97
Ti_2O_3 (%)	-	0,16	0,13
PF (%)		0,52	0,45

Apesar de o fabricante não divulgar a quantidade de zircônia (ZrO_2) presente no material, já era esperado que o material fosse composto quase que em sua totalidade pelo óxido de zircônio. Com relação à alumina (Al_2O_3) e a ítria (Y_2O_3), suas quantidades estão dentro do estabelecido pelo fabricante. Os óxidos SiO_2 , Fe_2O_3 e Na_2O , embora acima do estabelecido pelo fabricante, não diferem em mais do que 0,1% desse valor. O óxido de háfnio (HfO_2), embora citado, não possui a quantidade divulgada, mas provavelmente seja apenas impureza associada à ítria ou à zircônia [85]. Além desses elementos, foram encontrados NiO , Nd_2O_3 e Tl_2O_3 em baixas quantidades.

4.2.5. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Na Figura 43 são mostradas duas imagens (diferentes escalas) de MEV da superfície da amostra de IPS e.max Ceram sinterizada como explicado anteriormente, após polimento e ataque com solução aquosa de HF 1 %vol por 30 segundos. Na Figura 44 há duas imagens de outra região, em diferentes escalas.

Figura 43. Microestrutura (à direita detalhe em maior aumento) da superfície de IPS e.max Ceram após a sinterização, polida e atacada com HF 1%; imagens topográficas obtidas por MEV.

Na Figura 43 é possível observar cristais, em baixo relevo devido a sua maior sensibilidade ao ataque químico, envoltos em uma fase vítrea predominante, e a presença de poros na matriz. Tais cristais podem eventualmente ser de feldspato e terem se formado durante o tratamento térmico discutido na seção 4.2.3.1.

Figura 44. Microestrutura (à direita detalhe em maior aumento) da superfície de IPS e.max Ceram tratado para sinterização, polida e atacada com HF 1%; imagens com contraste de fase obtidas por MEV.

Na Figura 44, pode-se observar pequenas agulhas e alguns pontos mais claros, que podem ser seções transversais das agulhas, em uma pequena região, que por sua vez podem ser associados aos nanocristais de fluorapatita citados pelo fabricante. O tamanho muito reduzido dos mesmos justificaria a dificuldade na identificação pela difração de raios X. Mais estudos precisam ser feitos, no entanto, para avaliar essa afirmação.

4.2.6. Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

4.2.6.1. IPS e.max Ceram pré-tratamento térmico

Nas Figura 45 e Figura 46 são mostradas imagens de microscopia eletrônica de transmissão em diferentes escalas em uma mesma região de partículas do pó analisado. Antes do tratamento térmico é possível observar alguns pontos com diâmetros em torno de 2 nm em áreas mais escuras da partícula. Na Figura 46 tem-se o resultado de uma difração de elétrons realizada na imagem à esquerda. Algumas linhas muito sutis podem ser observadas neste difratograma, demonstrando a presença de cristalinidade na região. Todavia, não foi possível identificar a fase correspondente. Uma hipótese é a presença de fluorapatita

previamente cristalizada, como citado pelo fabricante.

Figura 45. Imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para o pó como fornecido de IPS e.max Ceram antes do tratamento térmico em diferentes escalas.

Figura 46. Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para o pó de IPS e.max Ceram antes do tratamento térmico com o diâmetro dos pontos surgidos (à esquerda) e da difração de elétrons realizada nessa região (à direita).

Importante mencionar que ao focar o feixe de elétrons na amostra, observou-se o turvamento da imagem, como se algo evaporasse com o aumento da temperatura (Figura 47, esquerda), e após esse fenômeno a imagem mostrava-se na forma de finas faixas claras e escuras intercaladas (Figura 47, direita). Por fim, tais faixas gradativamente sumiam. Uma imagem de uma partícula após a ocorrência desse fenômeno pode ser vista na Figura 48 (esquerda), juntamente com

uma difração de elétrons da região Figura 48 (direita). É possível observar a presença de fase cristalina pela difração de elétrons realizada, mas não é possível dizer se a mesma estava presente antes, ou se foi formada após a incidência do feixe.

Figura 47. Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para partícula do pó de IPS e.max Ceram sem tratamento térmico mostrando o aspecto de vapor (à esquerda) e o surgimento de linhas claras e escuras (à direita) durante a análise microscópica.

Figura 48 – Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para a partícula do pó de IPS e.max Ceram mostrada na figura anterior, após a estabilização no microscópio (à esquerda) e uma difração de elétrons para essa região (à direita).

4.2.6.2. IPS e.max Ceram pós-tratamento térmico

Imagens da MET realizadas no pó da amostra após o tratamento térmico, várias regiões podem ser vistas na Figura 49 junto com a difração de elétrons das mesmas.

Figura 49 – Imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para o pó de IPS e.max Ceram moído após o tratamento térmico (Seção 3.5.1.1) em diferentes regiões e suas respectivas difrações de elétrons.

É possível observar que regiões com pontos escuros também foram observadas após o tratamento térmico da amostra. No entanto, ao se observar as

difrações de elétrons, não é possível observar linhas circulares bem definidas como na amostra pré-tratamento indicativas de cristalinidade. Observa-se apenas uma região difusa, característica de materiais amorfos em todas as áreas analisadas.

Em outro fragmento observou-se a presença de bastonetes em uma matriz aparentemente vítrea, que podem ser cristais. Todavia, a difração de elétrons também demonstrou ausência de cristalinidade no local (Figura 50),

Figura 50 - Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para o pó de IPS e.max Ceram moído após o tratamento térmico com a presença de bastonetes e a difração de elétrons para essa região.

4.2.7. Calorimetria diferencial de varredura (DSC)

Na Figura 51 é possível observar curvas de DSC resultantes do ensaio no aquecimento e no resfriamento.

Figura 51 – Curvas de aquecimento e resfriamento de um ensaio de DSC na amostra IPS e.max Ceram como fornecida.

Tanto na curva de aquecimento como na de resfriamento, não foi possível identificar picos associados a uma eventual mudança de fase sofrida pelo material. Como a taxa de aquecimento e de resfriamento aplicadas no ensaio foram muito inferiores às utilizadas no tratamento térmico durante a preparação das amostras, é possível que os cristais encontrados no MEV e MET nas seções 4.2.5 e 4.2.6 já estivessem presentes no pó antes da sinterização, o que confirmaria a informação fornecida pelo fabricante.

Na curva de aquecimento, próximo à 500 °C é possível identificar a transição vítrea (T_g) pelo deslocamento da linha base em forma de “S” característico. Para se determinar a T_g utilizou-se o método do C_p extrapolado (Figura 52), tomando-se como temperatura de transição vítrea o ponto da curva que correspondia à metade da variação de calor específico [86].

Figura 52 - Determinação da T_g do IPS e.max Ceram pelo método do C_p extrapolado.

A temperatura de transição vítrea medida foi de 470,5 °C. Nas especificações técnicas disponibilizadas pelo fabricante, a T_g do IPS e.max Ceram é de 490 ± 10 °C. A diferença entre a temperatura medida e a fornecida pelo fabricante pode estar associada à baixa taxa de aquecimento do ensaio (10 °C/min) neste trabalho, embora o fabricante não indique em que taxa a transição vítrea fornecida foi determinada nem o método utilizado para tal.

4.2.8. Análise dilatométrica

4.2.8.1. IPS e.max Ceram

Os resultados das análises dilatométricas para três amostras (réplicas) podem ser visualizados na Figura 53.

Figura 53 - Curvas das análises dilatométricas realizadas em três amostras de IPS e.max Ceram tratadas para sinterização segundo o recomendado pelo fabricante.

Nas três amostras é possível observar uma alteração na dependência de dL/L_0 em função da temperatura em relação à expansão do vidro próximo aos 450 $^{\circ}C$, fenômeno conhecido como transição vítrea (T_g). Com o aumento da temperatura o vidro começa a relaxar estruturalmente e passa gradualmente a se comportar como líquido. Extrapolando a reta referente à região de comportamento elástico e a reta referente ao regime viscoso, no ponto de intersecção podemos identificar a temperatura de transição vítrea (Figura 54).

Na Figura 54 é possível observar que a temperatura de transição vítrea no aquecimento é diferente da no resfriamento. Uma possível explicação para esse fenômeno são diferentes histórias térmicas das amostras no aquecimento e no resfriamento. Enquanto no aquecimento as amostras trazem a estrutura resultante do resfriamento em altas taxas no forno de próteses, no resfriamento a taxa é controlada no dilatômetro, permanecendo em 5 $^{\circ}C/min$.

Figura 54 - Determinação da temperatura de transição vítrea para a amostra 1 de IPS e.max Ceram pós-tratamento.

As medidas de T_g para as três amostras são apresentadas na Tabela 17.

Tabela 17 – Temperaturas de transição vítrea no aquecimento e resfriamento para amostras de IPS e.max Ceram após tratamento de sinterização como recomendado pelo fabricante (seção 3.5.1.1).

Amostra	T_g Aquecimento ($^{\circ}\text{C}$)	T_g Resfriamento ($^{\circ}\text{C}$)
1	459,06	442,76
2	454,86	445,96
3	454,47	446,17
Média	456,13	444,96

As temperaturas de transição vítrea foram ainda menores que a medida por DSC, todavia, vale ressaltar que a taxa de aquecimento foi de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ enquanto no DSC foi de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

A partir da dilatometria pôde-se determinar o coeficiente de expansão

térmica (CET) linear do material ensaiado. Os valores medidos para as três amostras em comparação com a curva calculada pela Equação (11)] utilizada nas simulações podem ser observados na Figura 55.

Figura 55 – CET em função da temperatura para três amostras de IPS e.max Ceram sinterizadas junto com o CET calculado pela Equação (11) utilizado nas simulações.

É possível observar que o CET permanece constante até aproximadamente 400 $^{\circ}\text{C}$. A partir de então, começa a se elevar à medida que passa pela faixa de transição vítrea, chegando a um limite máximo experimental próximo aos 500 $^{\circ}\text{C}$ até que a sua diminuição indica o amolecimento dilatométrico do material no equipamento. Seria de se esperar que após a transição vítrea o CET alcançasse um patamar constante relativo ao CET do líquido, mas o equipamento disponível para análise não permite sua determinação da forma como o experimento foi realizado.

Como pode ser visto na Figura 55, o coeficiente de expansão térmica da amostra essencialmente vítrea praticamente não variou entre as amostras, e não houve diferença significativa entre os valores determinados no aquecimento e no resfriamento. Devido às instabilidades que ocorreram nas medidas em temperaturas abaixo de 200 $^{\circ}\text{C}$, o CET foi calculado pela média dos valores medidos entre 200 $^{\circ}\text{C}$

e 400 °C. Todavia, assume-se que o coeficiente medido nesse intervalo seja válido para temperaturas inferiores. O resultado pode ser visto na Tabela 18.

Tabela 18 – Coeficientes de expansão térmica médios entre 200 e 400 °C medidos em amostras de IPS e.max Ceram sinterizadas.

Amostra	CET aquecimento ($10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$)	CET resfriamento ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)
1	11,67	11,40
2	11,79	11,35
3	12,05	11,47
Média	11,84	11,41

Segundo o fabricante, o valor do coeficiente de expansão térmica para a IPS e.max Ceram no intervalo entre 100 e 400 °C é $9,5 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, uma diferença de aproximadamente $2 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$. Os valores utilizados calculados pela equação (11), utilizando os dados da Tabela 6 tiveram um valor médio de $9,4 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ no intervalo entre 30 e 500 °C, condizentes com o valor fornecido pelo fabricante.

4.2.8.2. Zircônias

Os resultados das amostras de zircônia ensaiadas podem ser visualizados na Figura 56.

Figura 56 - Análises dilatométrica de três amostras (réplicas) de ICE Zirkon Translucent após tratamento para densificação.

Como esperado, as zircônias obtiveram uma dilatação linear ao longo de todo o ensaio, visto que eram cristalinas e o ensaio foi realizado até 1000 °C, bem abaixo da temperatura de densificação da amostra (1500 °C). Os coeficientes de expansão térmica resultantes em comparação com a curva calculada pela Equação (11) utilizada nas simulações podem ser vistos na Figura 57.

Figura 57 - Valores de CET em função da temperatura para três amostras de ICE Zirkon Translucent previamente densificadas a 1500 °C junto com o CET calculado pela Equação (11) utilizado nas simulações.

Como o coeficiente de expansão térmica é praticamente linear ao longo de toda a faixa de temperatura, o CET das amostras foi calculado como a média dos valores medidos entre 200 e 900 °C no aquecimento e no resfriamento. Os valores podem ser vistos na Tabela 19.

Tabela 19 - Coeficiente de expansão térmica médios determinados entre 200 e 900 °C em amostras de ICE Zirkon Translucent previamente densificadas à 1500 °C.

Amostra	CET aquecimento ($10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$)	CET resfriamento ($10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$)
1	12,35	11,91
2	12,43	11,96
3	12,37	11,96
Média	12,38	11,94

Segundo o fabricante, o CET da Zirkon Translucent é de aproximadamente $10,0 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$. Na literatura, valores de coeficiente de expansão

térmica variaram entre $10,0$ e $10,8 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ [51,87–89], uma diferença de aproximadamente $2 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ em relação ao valor determinado neste trabalho. O mesmo desvio encontrado no IPS e.max Ceram. Apesar dos valores serem diferentes da literatura, a diferença entre o CET das zircônias e do IPS e.max Ceram manteve-se igual. Mais testes devem ser realizados para averiguar os resultados.

Os valores utilizados calculados pela equação (11), utilizando os dados da Tabela 6 tiveram um valor médio de $10,9 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ no intervalo entre 30 e $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$, embora maiores que o valor fornecido pelo fabricante, está de acordo com os dados presentes na literatura.

4.2.9. Análise Termogravimétrica (ATG)

Segundo o fabricante do IPS e.max Ceram, o material apresenta matéria orgânica volátil que precisa ser decomposta e eliminada da queima. A $650 \text{ }^{\circ}\text{C}$, o material ainda possui uma estrutura de poros abertos e a eliminação dos compostos orgânicos evita que poros isolados permanecessem na microestrutura com a sinterização [78]. Todavia, esses compostos não são especificados nem, tampouco, as quantidades em porcentagem em peso foram divulgadas. Com a análise termogravimétrica, é possível quantificar as frações mássicas dos compostos orgânicos presentes.

Os resultados de três ensaios termogravimétricos no IPS e.max Ceram como fornecido podem ser vistos na Figura 58. Na amostra 1, que possui 5 mg , a massa demonstrou sinais de redução em temperaturas próximas a $600 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Todavia, para as amostras 2 e 3 de 13 mg , a maior parte das perdas se deu no intervalo entre 250 e $350 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Após esse intervalo os pesos se estabilizaram, passando a ocorrer reduções novamente próximo aos 500 - $650 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Com esses dois trechos de redução de massa, é possível que a amostra possua mais do que um tipo de composto volátil em sua composição, alguns que evaporam a partir de $250 \text{ }^{\circ}\text{C}$, e outros a partir de $500 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Figura 58 - Análises termogravimétricas para amostras de IPS e.max Ceram como fornecido pelo fabricante.

Para as amostras 1 e 2, perdas de aproximadamente 0,2% em massa foram observadas. No entanto, as curvas apresentaram trechos em que a massa aumentou com a elevação da temperatura, causando confusão nos resultados. Já na amostra 3, a curva aparenta ser mais coerente, sem trechos de aumento de massa consideráveis com a elevação da temperatura. Para essa amostra, a perda de massa observada foi equivalente a 0,8%. Na análise química, discutida no item 4.2.4, observou-se uma perda ao fogo de 0,47% em massa após tratamento da amostra a 1020 °C por 2 h. Essa perda pode estar associada a um material adicionado como defloculante para impedir a aglomeração das partículas quando umedecidas para conformação. Mais testes precisam ser realizados para medir com precisão a concentração desses compostos orgânicos e também identificá-los.

5. CONCLUSÕES

5.1. Simulações

- A criação de modelos geométricos a partir de imagens tomográficas se mostrou uma ferramenta valiosa para simular efeitos de tensões residuais em cerâmicas bicamadas, no entanto, a qualidade da malha se demonstrou crucial para se obter bons resultados.
- A partir dos resultados das simulações foi possível observar que a porcelana de cobertura se encontra majoritariamente sob tensões residuais de tração mediante o resfriamento da coroa, enquanto a infraestrutura se encontra sob compressão.
- As tensões na porcelana de cobertura possuem os maiores valores na região de interface com a infraestrutura e diminuem gradativamente à medida que se aproximam da superfície externa.
- O aumento da espessura da porcelana de cobertura reduz consideravelmente o nível de tensões na superfície, podendo chegar a valores quase nulos.
- O aumento na taxa de resfriamento provoca um aumento nas tensões residuais. Todavia, esse efeito é minimizado com o aumento da espessura da porcelana de cobertura.

5.2. Caracterizações

- Não foi possível identificar de forma clara a presença de fluorapatita no IPS e.max Ceram por DRX. No MEV, foi identificada a presença de cristalinidade heterogênea em escala micrométrica. No MET foram encontrados pequenos bastonetes cristalinos heterogeneamente dispersos em escala nanométrica. Mais testes

precisam ser feitos para identificar as fases observadas.

- Foram encontradas três faixas de tamanho de partículas presentes no pó do IPS e.max Ceram como fornecido. Embora a distribuição pareça ser projetada para minimizar a densidade à verde e após a sinterização, ainda foi observada porosidade após a sinterização.

- As temperaturas de transição vítrea obtidas por DSC e dilatometria foram de aproximadamente 470 e 450 °C, respectivamente, e abaixo do citado pelo fabricante, de 490 °C.

- A análise termogravimétrica indicou presença de material volátil na matéria-prima IPS e.max Ceram da porcelana de cobertura como fornecida, com perda de massa entre 0,5 a 0,8% no aquecimento. Mais testes precisam ser realizados para a identificação dos componentes que evaporam.

- Para a infraestrutura, os materiais identificados foram, de fato, zircônia do tipo Y-TZP. Não foram identificadas anormalidades ou discrepância dos dados obtidos experimentalmente com os fornecidos pelo fabricante ou com os encontrados na literatura.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Obter experimentalmente, com precisão, as propriedades necessárias para as simulações por elementos finitos das tensões residuais em sistemas bicamadas de porcelana de cobertura IPS e.max Ceram e infraestrutura de zircônias ICE Zirkon Translucent e ICE Zirkon Translucent Plus, para que os resultados possam estar o mais próximo possível da realidade;
- Realizar simulações em próteses com mais elementos ligadas por conectores;
- Realizar simulações com a aplicação de uma camada abaixo da infraestrutura da porcelana de cobertura (chamada no meio odontológico de “cerâmica vítrea”).

REFERÊNCIAS

- [1] KELLY, J. R.; NISHIMURA, I.; CAMPBELL, S. D. **Ceramics in dentistry: Historical roots and current perspectives**. The Journal of Prosthetic Dentistry, v. 75, n. 1, p. 18–32, 1996.
- [2] LI, R. W. K.; CHOW, T. W.; MATINLINNA, J. P. **Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: State of the art**. Journal of Prosthodontic Research, v. 58, n. 4, p. 208–216, 2014.
- [3] CONRAD, H. J.; SEONG, W. J.; PESUN, I. J. **Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review**. Journal of Prosthetic Dentistry, v. 98, n. 5, p. 389–404, 2007.
- [4] ANUSAVICE, K. J.; SHEN, C.; RAWLS, H. R. **Phillips' science of dental materials**. [s.l.] Elsevier Health Sciences, 2013.
- [5] ABOUSHELIB, M. N.; FEILZER, A. J.; KLEVERLAAN, C. J. **Bridging the gap between clinical failure and laboratory fracture strength tests using a fractographic approach**. Dental Materials, v. 25, n. 3, p. 383–391, 2009.
- [6] DENRY, I.; HOLLOWAY, J. A. **Ceramics for dental applications: A review**. Materials, v. 3, n. 1, p. 351–368, 2010.
- [7] JR, J. M. **Effects of thermally induced changes on porcelain-metal compatibility**. Perspectives in Dental Ceramics. ..., p. 53–64, 1988.
- [8] SEGHI, R. R.; DAHER, T.; CAPUTO, A. **Relative flexural strength of dental restorative ceramics**. Dental Materials, v. 6, n. 3, p. 181–184, 1990.
- [9] HÖLAND, W. et al. **Bioceramics and their application for dental restoration**. Advances in Applied Ceramics, v. 108, n. 6, p. 373–380, 2009.
- [10] KELLY, J. R.; BENETTI, P. **Ceramic materials in dentistry:**

Historical evolution and current practice. Australian Dental Journal, v. 56, n. SUPPL. 1, p. 84–96, 2011.

[11] GIORDANO, R.; MCLAREN, E. A. **Ceramics overview: classification by microstructure and processing methods.** Compendium of continuing education in dentistry (Jamesburg, N.J.: 1995), v. 31, n. 9, p. 682–684,686,688, 2010.

[12] GHIDRAI, j. **ZIRCONIA CROWNS AND ZIRCONIA IN DENTISTRY.** Infodentis. Disponível em: <<https://www.infodentis.com/crown-and-bridge/zirconia-crowns.php>>

[13] CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Materials science and engineering: an introduction.** New York: John wiley & sons New York, 2007. v. 7

[14] MUNZ, D.; FETT, T. **Ceramics: Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection.** Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1999. v. 36

[15] FISCHER, H.; MARX, R. **Fracture toughness of dental ceramics: Comparison of bending and indentation method.** Dental Materials, v. 18, n. 1, p. 12–19, 2002.

[16] WEN, M. Y. et al. **Comparative mechanical property characterization of 3 all-ceramic core materials.** [s.l: s.n.]. v. 12

[17] HWANG, J. W.; YANG, J. H. **Fracture strength of copy-milled and conventional In-Ceram crowns.** Journal of oral rehabilitation, v. 28, p. 678–683, 2001.

[18] LOHBAUER, U.; PETSCHLT, A.; GREIL, P. **Lifetime prediction of CAD/CAM dental ceramics.** Journal of Biomedical Materials Research, v. 63, n. 6, p. 780–785, 2002.

[19] BONA, A. DELLA; KELLY, J. R. **The Clinical Success Of All-Ceramic Restorations.** The Journal of the American Dental Association, v. 139, n.

September, p. S8–S13, 2008.

[20] BONA, A. DELLA; PECHO, O. E.; ALESSANDRETTI, R. **Zirconia as a dental biomaterial**. *Materials*, v. 8, n. 8, p. 4978–4991, 2015.

[21] MIYAZAKI, T. et al. Current status of zirconia restoration. **Journal of Prosthodontic Research**, v. 57, n. 4, p. 236–261, 2013.

[22] CHEVALIER, J. et al. **The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: Lessons learned and future trends**. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 92, n. 9, p. 1901–1920, 2009.

[23] GARVIE, R. C. **Stabilization of the tetragonal structure in zirconia microcrystals**. *Journal of Physical Chemistry*, v. 82, n. 2, p. 218–224, 1978.

[24] PICONI, C.; MACCAURO, G. **Zirconia as a ceramic biomaterial**. *Biomaterials*, v. 20, n. 1, p. 1–25, 1999.

[25] GARVIE, R. C.; HANNINK, R. H.; PASCOE, R. T. **Ceramic steel?** *Nature*, v. 258, n. 5537, p. 703–704, 1975.

[26] CHRISTEL, P. et al. **Mechanical properties and short-term in vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia**. *Journal of Biomedical Materials Research*, v. 23, n. 1, p. 45–61, 1989.

[27] GUAZZATO, M. et al. **Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics**. *Dental Materials*, v. 20, n. 5, p. 449–456, 2004.

[28] YILMAZ, H.; AYDIN, C.; GUL, B. E. **Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics**. *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 98, n. 2, p. 120–128, 2007.

[29] LAZAR, D. R. R. et al. **Y-TZP ceramic processing from**

coprecipitated powders: A comparative study with three commercial dental ceramics. Dental Materials, v. 24, n. 12, p. 1676–1685, 2008.

[30] CHAI, J. et al. **Chemical solubility and flexural strength of zirconia-based ceramics.** The International journal of prosthodontics, v. 20, n. 6, p. 587–595, 2007.

[31] HJERPPE, J. et al. **Effect of shading the zirconia framework on biaxial strength and surface microhardness.** Acta Odontologica Scandinavica, v. 66, n. 5, p. 262–267, 2008.

[32] VULT VON STEYERN, P.; CARLSON, P.; NILNER, K. **All-ceramic fixed partial dentures designed according to the DC-Zirkon® technique. A 2-year clinical study.** Journal of Oral Rehabilitation, v. 32, n. 3, p. 180–187, 2005.

[33] SAILER, I. et al. **A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses.** Clinical Oral Implants Research, v. 18, n. SUPPL. 3, p. 86–96, 2007.

[34] GORMAN, C. M.; MCDEVITT, W. E.; HILL, R. G. **Comparison of two heat-pressed all-ceramic dental materials.** Dental Materials, v. 16, n. 6, p. 389–395, 2000.

[35] GUAZZATO, M. et al. **Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics.** Dental Materials, v. 20, n. 5, p. 441–448, 2004.

[36] BARSOUM, M.; BARSOUM, M. W. **Fundamentals of ceramics.** [s.l.] CRC press, 2002.

[37] ANDERSSON, M.; ODEN, A. **A new all-ceramic crown.** Acta Odontologica Scandinavica, v. 51, n. 1, p. 59–64, 1993.

[38] ANUSAVICE, K. J. **Reducing the failure potential of ceramic-based restorations. Part 2: Ceramic inlays, crowns, veneers, and bridges.**

General dentistry, v. 45, n. 1, p. 30–35, 9 jun. 1997.

[39] GROSSMAN, D. G. **Machinable Glass-Ceramics Based on Tetrasilicic Mica**. Journal of the American Ceramic Society, v. 55, n. 9, p. 446–449, set. 1972.

[40] SILVA, L. H. DA et al. **Dental ceramics: a review of new materials and processing methods**. Braz Oral Res, v. 31, n. suppl 1, p. e58, 2017.

[41] FILSER, F.; KOCHER, P.; GAUCKLER, L. J. **Net-shaping of ceramic components by direct ceramic machining**. Assembly Automation, v. 23, n. 4, p. 382–390, 2003.

[42] FILSER, F. **Direct ceramic machining of dental restorations**. 2001. Swiss Federal Institute of Technology Zurich. 2001.

[43] WANG, H.; ABOUSHELIB, M. N.; FEILZER, A. J. **Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks**. Dental Materials, v. 24, n. 5, p. 633–638, 2008.

[44] ZANOTTO, E. D.; MAURO, J. C. **The glassy state of matter: Its definition and ultimate fate**. Journal of Non-Crystalline Solids, v. 471, n. June, p. 490–495, 2017.

[45] SCHERER, G. W. **Relaxation in glass and composites**. [s.l.] Wiley, 1986.

[46] ZARZYCKI, J. **Materials science and technology. Glasses and Amorphous Materials**. VCH, New York, 1991.

[47] LEWIS, M. H. **Glasses and Glass-ceramics**. [s.l.] Springer Science & Business Media, 2013.

[48] ZANOTTO, E. D. **Vitro Cerâmica**. Vitreous Materials Laboratory,

1986. Disponível em: <<http://www.lamav.ufscar.br/artpdf/1enca.pdf>>

[49] HÖLAND, W.; BEALL, G. H. **Glass-Ceramic Technology**. Second ed. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2012.

[50] HÖLAND, W. et al. **Clinical applications of glass-ceramics in dentistry**. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, v. 17, n. 11, p. 1037–1042, 2006.

[51] FISCHER, J. et al. **Impact of thermal misfit on shear strength of veneering ceramic/zirconia composites**. Dental Materials, v. 25, n. 4, p. 419–423, 2009.

[52] DEHOFF, P. H.; ANUSAVICE, K. J.; GÖTZEN, N. **Viscoelastic finite element analysis of an all-ceramic fixed partial denture**. Journal of Biomechanics, v. 39, n. 1, p. 40–48, 2006.

[53] TASKONAK, B. et al. **The effects of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic**. Dental Materials, v. 24, n. 9, p. 1149–1155, 2008.

[54] ALMEIDA JUNIOR, A. A. DE et al. **Effect of the Cooling Rate on the Properties of Veneer Porcelain for Zirconia Dental Prosthesis**. Materials Research, v. 20, n. 5, p. 1418–1424, 2017.

[55] TASKONAK, B.; MECHOLSKY, J. J.; ANUSAVICE, K. J. **Residual stresses in bilayer dental ceramics**. v. 26, p. 3235–3241, 2005.

[56] ABOUSHELIB, M. N. et al. **Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations**. Dental Materials, v. 21, n. 10, p. 984–991, 2005.

[57] GANGHOFFER, J. F. **Calculation of thermal stresses in glass-ceramic composites**. Mechanics Time-Dependent Materials, v. 4, n. 4, p. 359–379, 2000.

[58] LEE, E. H. **Stress analysis for linear viscoelastic materials**.

Rheologica Acta, v. 1, n. 4–6, p. 426–430, 1961.

[59] QUIRK, J. F. et al. **Residual Stresses in a Glass Plate Cooled Symmetrically from Both Surfaces**. v. 48, n. 9, 1965.

[60] MUKI, R.; STERNBERG, E. **On Transient Thermal Stresses in Viscoelastic Materials With Temperature-Dependent Properties**. Journal of Applied Mechanics, v. 28, n. 2, p. 193, 1961.

[61] LEE, E. H.; ROGERS, T. G. **Solution of Viscoelastic Stress Analysis Problems Using Measured Creep or Relaxation Functions**. Journal of Applied Mechanics, v. 30, n. 1, p. 127, 1963.

[62] MARTIN, F. W. **Stresses in Glass-Metal Seals: I, The Cylindrical Seal**. Journal of the American Ceramic Society, v. 33, n. 7, p. 224–229, jul. 1950.

[63] TOOL, A. Q. **Relation Between Inelastic Deformability and Thermal Expansion of Glass in Its Annealing Range**. Journal of the American Ceramic Society, v. 29, n. 9, p. 240–253, 1946.

[64] NARAYANASWAMY, O. S. **A model of structural relaxation in glass**. J. Am. Ceram. Soc., v. 54, n. 10, p. 491–498, 1971.

[65] EREIFEJ, N. et al. **Experimental and FE shear-bonding strength at core/veneer interfaces in bilayered ceramics**. Dental Materials, v. 27, n. 6, p. 590–597, 2011.

[66] ZHANG, Z. et al. **Thermally induced fracture for core-veneered dental ceramic structures**. Acta Biomaterialia, v. 9, n. 9, p. 8394–8402, 2013.

[67] KIM, J. et al. **Viscoelastic finite element analysis of residual stresses in porcelain-veneered zirconia dental crowns**. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, v. 82, n. March, p. 202–209, 2018.

[68] ANSYS. **ANSYS Mechanical APDL Material Reference**. ANSYS Inc, 2013.

[69] DEHOFF, P. H.; ANUSAVICE, K. J. **Shear stress relaxation of dental ceramics determined from creep behavior**. Dental Materials, v. 20, n. 8, p. 717–725, 2004.

[70] SCHERER, G. W.; REKHSOON, S. M. **Viscoelastic-Elastic Composites: I, General Theory**. Journal of the American Ceramic Society, v. 65, n. 7, p. 352–360, 1982.

[71] MARKOVSKY, A.; SOULES, T. F.; BOYD, D. C. **An efficient and stable algorithm for calculating fictive temperatures**. Journal of the American Ceramic society, v. 67, n. 4, p. c56–c57, 1984.

[72] MATERIALISE NV. **Materialise Mimics Research**. Versão 18.0. Lovaina, Bélgica, Materialise NV., 2015. Disponível em: <<https://www.materialise.com/>>

[73] MATERIALISE NV. **Materialise 3-matic Research**. Versão 10.0. Lovaina, Bélgica, Materialise NV., 2015. Disponível em: <<https://www.materialise.com/>>

[74] ANSYS. **ANSYS Academic Research Mechanical**. Versão 19.1. Pensilvânia, EUA, Ansys Inc., 2018. Disponível em: <<https://www.ansys.com/>>

[75] SÁNCHEZ, J. G.; CODA, H. B. **The Search for the Centre of Resistance of a Tooth Using a Finite Element Model and the Continuum Mechanics**. Latin American Journal of Solids and Structures, n. Articles in Press, p. 1–15, 2018.

[76] FEDERIZZI, L. et al. **Use of feldspathic porcelain veneers to improve smile harmony: A 3-year follow-up report**. Brazilian Dental Journal, v. 27, n. 6, p. 767–774, dez. 2016.

[77] DEHOFF, P. H. et al. **Thermal compatibility of dental ceramic**

systems using cylindrical and spherical geometries. Dental Materials, v. 24, n. 6, p. 744–752, 2008.

[78] VÖLKEL, T. **Report IPS e.max No 17** | June 2006. Liechtenstein: [s.n.]. Disponível em: <<http://ivodent.mediacenter10.hu/letoeltes/keramia-anyagismeret/1178-2006no17ips-e-max-report-e/download.html>>.

[79] MANGULKAR, M.; JAMKAR, S. **Review of Particle Packing Theories Used For Concrete Mix Proportioning.** International Journal Of Scientific & Engineering Research, 2013.

[80] TANG, X. et al. **Effects of multiple firings on the mechanical properties and microstructure of veneering ceramics for zirconia frameworks.** Journal of Dentistry, v. 40, n. 5, p. 372–380, 1 maio 2012.

[81] MOURA, M. J.; FIGUEIREDO, M. M. **Aplicação das Técnicas de Picnometria de Gás e de Porosimetria de Mercúrio à Caracterização da Madeira de E. globulus.** Silva Lusitana, v. 10, n. 2, p. 207–216, 2002.

[82] ZHANG, F. et al. **Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations.** Dental Materials, v. 32, n. 12, p. e327–e337, 1 dez. 2016.

[83] TONG, H. et al. **Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their High-Translucency, High-Strength and High-Surface Area.** Ceramics International, v. 42, n. 1, p. 1077–1085, 1 jan. 2016.

[84] ZIRKONZAHN. **Zirconia – Information for Dentists. FAQ’S – from the dental practice.** Zirkonzahn. South Tirol: [s.n.]. Disponível em: <<https://www.zirkonzahn.com/assets/files/brochueren/EN-Brochure-Zirconia-Information-for-dentists-web.pdf>>.

[85] LARSEN, E.; FERNELIUS, W. C.; QUILL, L. **Concentration of Hafnium. Preparation of Hafnium-Free Zirconia.** Industrial & Engineering

Chemistry Analytical Edition, v. 15, n. 8, p. 512–515, 1943.

[86] CANEVAROLO JR, S. **Técnicas De Caracterização de Polímeros**. São Paulo: Artiber, 2004. v. 01

[87] DE KLER, M. et al. **Influence of thermal expansion mismatch and fatigue loading on phase changes in porcelain veneered Y-TZP zirconia discs**. Journal of Oral Rehabilitation, v. 34, n. 11, p. 841–847, 2007.

[88] HALLMANN, L. et al. **Effect of differences in coefficient of thermal expansion of veneer and Y-TZP ceramics on interface phase transformation**. Journal of Prosthetic Dentistry, v. 112, n. 3, p. 591–599, 2014.

[89] SCHUBERT, H. **Anisotropic Thermal Expansion Coefficients of Y₂O₃??Stabilized Tetragonal Zirconia**. Journal of the American Ceramic Society, v. 69, n. 3, p. 270–271, 1986.

ANEXO A – COMANDOS EXECUTADOS NO ANSYS

/COM, CÁLCULO DAS TENSÕES RESIDUAIS DE UMA COROA DENTÁRIA
BICAMADA

/TITLE, 1.0mm_6.0W_mmC-1

/PREP7

/COM, INÍCIO DO AMBIENTE PARA ANÁLISE TÉRMICA

/NOPR

KEYW,PR_SET,1

KEYW,PR_STRUC,0

KEYW,PR_THERM,1

KEYW,PR_FLUID,0

KEYW,PR_ELMAG,0

KEYW,MAGNOD,0

KEYW,MAGEDG,0

KEYW,MAGHFE,0

KEYW,MAGELC,0

KEYW,PR_MULTI,0

/GO

!*

/COM,TEMPERATURA EM CELSIUS

TOFFST,273

!*
/COM,PROPRIEDADES DOS MATERIAIS

!*
/COM,MATERIAL 1

!*
/COM,DENSIDADE

MPTEMP,R5.0,1,1,0.00000000,

MPDATA,R5.0,1,DENS,1,1,2.4E-6

!*
/COM,CONDUTIVIDADE TÉRMICA 1

MPTEMP,,,,,,,,

MPTEMP,1,30

MPTEMP,2,200

MPTEMP,3,500

MPTEMP,4,700

MPDE,KXX,1

MPDATA,KXX,1,, 9.4867E-3

MPDATA,KXX,1,, 6.6034E-3

MPDATA,KXX,1,, 4.5601E-3

MPDATA,KXX,1,, 4.2999E-3

!*

/COM,CALOR ESPECÍFICO 1

MPTEMP,,,,,,,,

MPTEMP,1,30

MPTEMP,2,200

MPTEMP,3,500

MPTEMP,4,700

MPDE,C,1

MPDATA,C,1,,772.7

MPDATA,C,1,,947.1

MPDATA,C,1,,1105.6

MPDATA,C,1,,1167.3

!*

/COM,MATERIAL 2

!*

/COM,DENSIDADE

MPTEMP,R5.0,1,1,0.00000000,

MPDATA,R5.0,1,DENS,2,1,6.1e-6

!*
/COM,CONDUTIVIDADE TÉRMICA 2

MPTEMP,,,,,,,,

MPTEMP,1,30

MPTEMP,2,200

MPTEMP,3,500

MPTEMP,4,700

MPDE,KXX,2

MPDATA,KXX,2,,2.9266E-3

MPDATA,KXX,2,,2.8843E-3

MPDATA,KXX,2,,2.7932E-3

MPDATA,KXX,2,,2.594E-3

!*
/COM,CALOR ESPECÍFICO

MPTEMP,,,,,,,,

MPTEMP,1,30

MPTEMP,2,200

MPTEMP,3,500

MPTEMP,4,700

MPDE,C,2

MPDATA,C,2,,465.2

MPDATA,C,2,,515.6

MPDATA,C,2,,573

MPDATA,C,2,,618.3

!*
/

COM,MESCLAR OS NÓS COINCIDENTES

NUMMRG,ALL, , , ,LOW

NUMCMP,ALL

!*
/

COM,SALVAR O AMBIENTE PARA ANÁLISE TÉRMICA

PHYSICS,WRITE,Thermal, , ,

!*
/

COM,INÍCIO DO AMBIENTE PARA ANÁLISE ESTRUTURAL

!*
/

NOPR

KEYW,PR_SET,1

KEYW,PR_STRUC,1

KEYW,PR_THERM,0

KEYW,PR_FLUID,0

KEYW,PR_ELMAG,0

KEYW,MAGNOD,0

KEYW,MAGEDG,0

KEYW,MAGHFE,0

KEYW,MAGELC,0

KEYW,PR_MULTI,0

/GO

!*

/COM,TROCAR S ELEMENTOS TÉRMICOS POR ESTRUTURAIS

ETCHG,TTS

!*

/COM,PROPRIEDADES DOS MATERIAIS

!*

/COM,MATERIAL 1

!*

REFTEMP=700.0 ! TEMPERATURA DE REFERÊNCIA

YOUNG = 66.5E3 ! MÓDULO DE ELASTICIDADE

POISS = 0.21 ! COEFICIENTE DE POISSON

!*

$g0 = YOUNG / (2 * (1 + POISS))$! MÓDULO DE CISALHAMENTO

$k0 = YOUNG / (3 * (1 - 2 * POISS))$! MÓDULO

TREF, REFTEMP

!*

/COM,PROPRIEDADES DA PORCELANA DE COBERTURA

mp,ex,1, young ! MÓDULO DE ELASTICIDADE

mp,prxy,1, poiss ! COEFICIENTE DE POISSON

mp,dens,1,2.4e-6 ! DENSIDADE

!*

/COM,SÉRIE DE PRONY

TB,PRONY,1,1,4,SHEAR

TBDATA,,0.9960,0.01316,0.0030,0.1,0.0006,0.005

TBDATA,,0.0004,0.0003,,,,

!*

/COM,FUNÇÃO DE DESLOCAMENTO

TB,SHIFT,1,1,4,FICT

TBDATA, 1,700,46400,0.27 ! PARÂMETROS DA FUNÇÃO
DESLOCAMENTO

TBDATA, 4,700,0.9960,0.001316 ! 1ª TEMPERATURA FICTÍCIA

TBDATA, 7,700,0.0030,0.01 ! 2ª TEMPERATURA FICTÍCIA

TBDATA, 10,700,0.0006,0.0005 ! 3ª TEMPERATURA FICTÍCIA

TBDATA, 13,700,0.0004,0.00003 ! 4ª TEMPERATURA FICTÍCIA

TBDATA,16,8.0052E-6,4.7623E-9,-2.2062E-12 ! CET DO SÓLIDO

TBDATA,21,-2.7782E-4,5.0500E-7 ! CET DO LÍQUIDO

!*
.

/COM,MATERIAL 2

!*
.

MP,EX,2,206E3 ! MÓDULO DE ELASTICIDADE

MP,PRXY,2,0.3 ! COEFICIENTE DE POISSON

MP,DENS,2,6.1E-6 ! DENSIDADE

!*
.

/COM,SÉRIE DE PRONY

TB,PRONY,2,1,1,SHEAR

TBDATA,1,0.0,1E-7

!*
.

/COM,FUNÇÃO DE DESLOCAMENTO

TB,SHIFT,2,1,1,FICT

TBDATA, 1,700,0.0,1.0

TBDATA, 4,700,1.0,0.0

TBDATA, 7,10.8E-6,0,0

TBDATA,12,0.0,0.0,0.0

!*
.

/COM,SALVAR O AMBIENTE PARA ANÁLISE ESTRUTURAL

PHYSICS,WRITE,STRUCTURAL, , ,

!*
/COM,INÍCIO DA ANÁLISE TÉRMICA

/COM,LEITURA DO AMBIENTE TÉRMICO

PHYSICS,READ,THERMAL

PHYSICS,READ,THERMAL

!*
/sol

ANTYPE,4 ! ANÁLISE TRANSIENTE

ANTYPE,4 ! ANÁLISE TRANSIENTE

!*
TRNOPT,FULL

TRNOPT,FULL

LUMPM,0

!*
!Sol'n Controls

!Sol'n Controls

DELTIM,.1,.1,10 ! TAMANHO DO PASSO, PASSO MÍN., PASSO MÁX.

OUTRES,ERASE

OUTRES,ALL,ALL ! ARMAZENAR TODOS OS DADOS DE TODOS OS PASSOS

LNSRCH,1

NEQIT,100 ! NÚMERO MÁXIMO DE ITERAÇÕES

TIME,600 !TEMPO NO TPERMINO DA SIMULAÇÃO

!*
/COM,INÍCIO DA ANÁLISE TÉRMICA

/COM,APLICAR COEFICIENTE DE CONVECÇÃO NA SUPERFÍCIE DA
GEOMETRIA

esel,s,type,,2 ! SELECIONAR OS ELEMENTOS DE SUPERFÍCIE

SFE,all,1,CONV,,6.0E-5 ! COEFICIENTE DE CONVECÇÃO

SFE,all,1,CONV,2,30 ! TEMPERATURA AMBIENTE

CMDELE,_Y1

ALLSEL,ALL

!*
/COM, TEMPERATURA INICIAL

IC,ALL,TEMP,700,,
!*
ALLSEL,ALL

SOLVE ! REALIZAR ANÁLISE

!*
/gopr

FINISH

!*
/COM, INÍCIO DA ANÁLISE ESTRUTURAL

!*
/PREP7

PHYSICS,READ,STRUCTURAL

PHYSICS,READ,STRUCTURAL

PHYSICS,READ,STRUCTURAL

PHYSICS,READ,STRUCTURAL

PHYSICS,READ,STRUCTURAL

PHYSICS,READ,STRUCTURAL

PHYSICS,READ,STRUCTURAL

!*

ANTYPE,0 !ANÁLISE ESTÁTICA

DELTIM,.1,.1,10

OUTRES,ERASE

OUTRES,ALL,ALL

LNSRCH,1

NEQIT,100

TIME,600

!*

/COM,TEMPERATURA DE REFERÊNCIA

TREF,700,

!*

nlgeom,on ! INCLUIR EFEITOS DE GRANDES DEFORMAÇÕES

!*

/COM,TRAVAMENTO DOS NÓS DO CILINDRO

CMSEL,S,MANTLE

CMSEL,A,TOP

D,ALL, ,0, , , ,ALL, , , , ,

!*

```
/COM,LEITURA DO ARQUIVO COM OS DADOS DA ANÁLISE TÉRMICA
```

```
LDREAD,TEMP,,, , '1.0mm_6.0W_mmC-1','rth',' '
```

```
!*
```

```
allsel,all
```

```
/STATUS,SOLU
```

```
SOLVE          !REALIZAR ANÁLISE
```

```
/gopr
```

```
FINISH
```