



**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
PRO-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS**



ISAAC VINICIUS FELICIANO SUHETT

PATENTE DE PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE PÓS-METÁLICOS A BASE DE Co-Cr-Mo PARA ODONTOLOGIA

**VOLTA REDONDA
2014**

FICHA CATALOGRÁFICA

Bibliotecária: Alice Tacão Wagner - CRB 7/RJ 4316

S939p Suhett, Isaac Vinicius Feliciano.
Patente de processo de fabricação de pós-metálicos a base de Co-Cr-Mo
para odontologia. / Isaac Vinicius Feliciano Suhett. – Volta Redonda: UniFOA,
2014.

126 p. : II

Orientador(a): Claudinei dos Santos
Dissertação (Mestrado) – UniFOA / Mestrado profissional em Materiais, 2014.

1. Odontologia – patente - dissertação. 2. Pós-metálicos - fabricação. I. Centro Universitário de Volta Redonda. II. Título.

CDD – 617.6

**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
PRO-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS**

PATENTE DE PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE PÓS-METÁLICOS A BASE DE Co-Cr-Mo PARA ODONTOLOGIA

Dissertação apresentada ao Mestrado Profissional em Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda – UniFOA, como requisito obrigatório para obtenção do título de mestre em Materiais.

Aluno:
Isaac Vinicius Feliciano Suhett

Orientador:
Prof. Dr.Claudinei dos Santos

**VOLTA REDONDA
2014**

FOLHA DE APROVAÇÃO

Aluno: Isaac Vinicius Feliciano Suhett

**PATENTE DE PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE PÓS-METÁLICOS
A BASE DE Co-Cr-Mo PARA ODONTOLOGIA**

Orientador:

Prof. Dr. Claudinei dos Santos

Banca Examinadora



Prof. Dr. Claudinei dos Santos



Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago



Profa. Dra. Juliana Kelmy Macário de Faria Daguano

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por ter me dado forças e iluminado meu caminho para que eu pudesse concluir mais uma etapa da minha vida.

Agradeço a minha esposa, pais e família pelo apoio e dedicação.

E ao meu Orientador Professor Dr. Claudinei dos Santos, pelos ensinamentos e dedicação dispensados no auxílio à concretização desse trabalho. Aos professores do curso, técnicos e funcionários do UniFOA, pela prontidão e cordialidade;

Aos companheiros de sala, pela ótima convivência e apoio durante o período do mestrado.

A FINEP (Financiadora de estudos e projetos) pelo apoio financeiro destinado ao Trabalho.

Muito Obrigado!

RESUMO

Este trabalho teve por objetivo o desenvolvimento de uma classe de pós metálicos a base da liga Co-Cr-Mo para aplicações em processos de prototipagem rápida por sinterização seletiva a laser (selective laser sintering) visando aplicações médico/odontológicas. Para a fabricação destes pós, foi desenvolvida uma técnica baseada em fusão preliminar da liga com subsequente fragmentação da liga em moagem de alta energia, adequação da distribuição de partículas a necessidade de sinterização e subsequente tratamento térmico de esferoidização superficial dos pós.

Uma liga composta de 65% em peso de Co, 23%Cr, 6% Mo e 6% W, foi fundida a partir de pós elementares e, em seguida, o lingote foi submetido a usinagem, gerando-se cavacos metálicos de característica frágil com tamanho inferior a 3mm. Os cavacos foram submetidos à moagem em moinho planetário, variando-se a relação de massa de pó/esferas e tempo de moagem. No estudo de moagem, relações de esfera/pó de 4:1, 6:1, 8:1 e 10:1 foram investigadas. Além disso, tempos variados de 15min a 120min foram avaliados. Partículas de morfologia e tamanhos variados foram obtidas a partir de cavacos angulares para partículas esféricas e em função do aumento de tempo de moagem e da relação de esfera / pó, o tamanho médio sofreu significativas mudanças.

Considerando os resultados, a condição de moagem ideal p/ criação de partículas com boa receptividade (tamanho e formato) foram as moídas em 60 minutos +- 15 min com relação esfera / pó de 6:1. Nestas condições os pós apresentam formatos regulares semi-esféricos com tamanhos médios entre 0,1 e 0,5mm. Estes pós foram utilizados em teste piloto prototipagem após tratamento térmico de esferoidização a 1100°C e os aspectos morfológicos encontrados se adaptam as experiências do equipamento.

Baseado nesta técnica de fabricação, foi realizada a obtenção de depósito de patente de invenção junto ao INPI (Instituto Nacional de Propriedade Industrial).

Palavras-Chave: Moagem, Prototipagem rápida, sinterização a laser seletiva, matérias-primas, pós-nanoestruturados, ligas metálicas Co-Cr-Mo.

ABSTRACT

This study aimed to develop a class of metal powders based alloy Co-Cr-Mo for applications in rapid prototyping processes by selective laser sintering (selective laser sintering) applications targeting medical / dental. For the manufacture of these powders, we developed a technique based alloy melt with subsequent preliminary fragmentation of the alloy in high energy milling, the particle size distribution matching the need for subsequent sintering and heat treatment of spheroidizing surface of the powders.

An alloy composed of 65 wt% Co, 23% Cr, 6% Mo and W 6% was melted from elemental powders and then the ingot was subjected to machining, generating characteristic fragile metal chips size less than 3mm. The chips were subjected to planetary mill grinding, by varying the mass ratio of powder / balls and the milling time. In the study grinding ratios ball / powder ratio of 4:1, 6:1, 8:1 and 10:1 were investigated. Furthermore, varying times 15min 120min were evaluated.

Considering these results, the optimal grinding condition for creation of particles with good reception (size and shape) were ground in 60 minutes - about 15 min + ball / powder ratio of 6:1. These powders were used in the pilot test p prototyping spheroidization after heat treatment at 1100 °C and found morphological aspect adapt the experiences of the equipment.

Based on this fabrication technique, was performed to obtain deposit patent with the INPI (National Institute of Industrial Property).

Keywords: Grinding, Rapid Prototyping, selective laser sintering, raw materials, nanostructured powders, alloys Co-Cr-Mo.

INDICE

Lista de Tabela	9
Lista de Figuras	10
Lista de equações	12
1. Introdução	15
2. Objetivo	16
3. Revisão Bibliográfica	17
3.1. Ligas dentarias	17
3.2. A liga cobalto – cromo	18
3.2.1. Ligas de cobalto – cromo – molibdênio	22
3.3. Moagem de alta energia	26
3.3.1. O material de partida	27
3.3.2. Moinho planetário	28
3.3.3. Variáveis do processo de moagem de moagem	29
3.3.3.1. Tipo de moinho	30
3.3.3.2. Recipiente de moagem	30
3.3.3.3. Velocidade de moagem	30
3.3.3.4. Tempo de moagem	31
3.3.3.5. Ambiente de moagem	32
3.3.3.6. Relação de peso esfera-pó de moagem	33
3.3.3.7. Atmosfera de moagem	34
3.3.3.8. Temperatura de moagem	35
3.3.4. Mecanismo de amorfização	36
3.4. Prototipagem rápida na área médico-odontológica	37
3.4.1. Tecnologia de prototipagem rápida	38
3.4.2. Sinterização a laser seletiva	38
3.5. Patentes	41
3.5.1. Propriedade intelectual	41
3.5.1.1. Propriedade industrial	41
3.5.1.2. Direito Autoral	42
3.5.1.3. Direitos conexos	43

3.5.2. Características fundamentais das patentes	43
3.5.2.1. Propriedade limitada temporalmente	43
3.5.2.2. Interesse público na divulgação da informação contida no pedido de patente	44
3.5.3. Território de validade de uma patente	44
3.5.4. Disposições gerais sobre Patentes	44
3.5.4.1. Patente de invenção	45
3.5.4.2. Certificado de adição de invenção	45
3.5.4.3. Patente de modelo de utilidade	45
3.5.5. Requisitos de Patenteabilidade	46
3.5.5.1. Estado da técnica	46
3.5.5.2. Período de graça	46
3.5.6. Novidade	47
3.5.7. Atividade inventiva e ato inventivo	47
3.5.8. Aplicação industrial	48
3.5.9. Condições de Patenteabilidade	48
3.5.10. Suficiência descritiva	48
3.5.11. Unidade do pedido de patente	49
3.5.12. Clareza e precisão das reivindicações	50
3.5.13. Relatório descritivo	50
3.5.14. Reivindicações	50
3.5.15. Desenhos	51
3.5.16. Resumo	52
4. Procedimentos experimentais	52
4.1. Matérias	53
4.2. Caracterização das materiais primas	54
4.2.1. Difração de raio X (DRX)	54
4.2.2. Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV)	55
4.3. Moagem de alta energia	56
4.3.1. Caracterização das partículas por difração de raio X, microscopia e análise química	57
4.3.1.1. Análise por difratometria de raio X (DRX)	57

4.3.1.2. Análise por microscopia eletrônica de varredura	57
4.3.1.3. Tratamentos térmicos – testes preliminares	57
4.3.1.4. Sinterização a laser – testes preliminares	60
4.3.1.5. Características dos produtos sinterizados	61
4.4. Elaboração de patente	64
5. Resultados e discussões	65
5.1. Caracterização dos cavacos	65
5.2. Efeito do tempo de moagem	67
5.3. Efeito da variação de relação entre massa de pó e massa de esfera	72
6. Conclusões	78
7. Sugestões para trabalhos futuros	79
8. Referências Bibliográficas	80
Anexos	87
Anexo 1. Busca de anterioridade da patente no termo proposto	87
Anexo 2. Depósito de patente realizado em 2013	101
Anexo 3. Conteúdo do depósito	102
Anexo 4. Análise preliminares de viabilidade financeira do produto	124

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química global das ligas	18
Tabela 2 – Composição química das ligas ASTM F1537 e ASTM F75	23
Tabela 3 – Propriedade das ligas ASTM F1537 e F75	25
Tabela 4 – Propriedades mecânicas dos implantes	26
Tabela 5 – Composição de liga de Co – Cr – Mo	53
Tabela 6 – Densidade Relativa e dureza Vicker das amostras sinterizadas	64

LISTA DE FIGURAS

Figura 1– Diagrama de fase do Binário Co–Cr	19
Figura 2 – Diagrama de fase do Binário Mo–Co	20
Figura 3 – Diagrama de fase do Binário Cr–Mo	21
Figura 4 – Diagrama de Co–Cr–Mo na seção isotérmica a 1200°C	22
Figura 5 – Moinho de bolas planetário Fritsch	28
Figura 6 – Esquema de um sistema de sinterização a laser	39
Figura 7 – Fluxograma de atividade realizada nesse trabalho	52
Figuras 8 – Pós com relações esfera/pó de 6:1, submetidos a tratamentos térmicos a 1000°C – 120 min de Co-Cr-Mo obtidos por 60 min	58
Figura 9 – Sinterizador a laser utilizado neste experimento	60
Figura 10 – Unidade de Dentadura e Prótese de Fixação, 6 elementos obtidos do protótipo na seleção da sinterização a laser	61
Figura 11 – Detalhes das amostras sinterizadas das próteses	62
Figura 12 – Padrões encontrados de XRD nas amostras sinterizadas de Co-Cr-Mo	63
Figura 13 – Morfologia dos cavacos de Co–Cr–Mo usinados por torneamento	65
Figura 14 – Difratoograma de raio X dos cavacos da liga Co–Cr–Mo–W	66
Figura 15 – Difratoograma de raio X dos pós de Co–Cr–Mo, em forma de cavaco	67
Figura 16 – Difratoograma de raio X dos pós de Co-Cr-Mo moídos em 30min	68
Figura 17 – Difratoograma de raio X dos pós de Co-Cr-Mo moídos em 75min	68
Figura 18 – Difratoograma de raio X dos pós de Co-Cr-Mo moídos em 90min	69
Figura 19 – Difratoograma de raio X dos pós de Co-Cr-Mo moídos em 120min	69
Figura 20 – Tamanho de cristalito em função do tempo de moagem utilizado	70
Figura 21 – Morfologia dos pós obtidos por microscopia eletrônica de varredura em diferentes tempos de moagem	71
Figura 22 – Micrografias de partículas moídas com relação de esfera/pó de 4:1 por 60 min	72
Figura 23 – Micrografias de partículas moídas com relação de esfera/pó de 6:1 por 60 min	73
Figuras 24 – Micrografias de partículas moídas com relação de esfera/pó de 8:1 por 60 min	74
	12

Figuras 25 – Micrografias de partículas moídas com relação de esfera/pó de 10:1 por 60 min	75
Figuras 26 – Difratoograma de raio X de pós moídos 60 minutos em diferentes relação mássicas de esfera de Wc-Co e pós	76

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 – Equação de Scherrer	54
Equação 2 – Equação de contribuição instrumental	55

1. INTRODUÇÃO

Dentre os sistemas de prototipagem rápida mais populares, estão os sistemas CAD/CAM (Computer Aided Design/Computer Aided Manufacturing), nos quais um modelo é digitalizado através de escaneamento em 3D, e um software simula as formas, informando a um sistema de fresagem, o qual realiza a usinagem dos componentes. No Brasil, nos últimos anos, dezenas de sistemas de usinagem utilizando sistemas CAD/CAM foram comercializados no ramo da odontologia, atingindo em 2013 mais de 100 centros de usinagem. Nesse tipo de técnica, há uma perda excessiva de materiais (cerca de 20 a 30%) diante a necessidade de desbaste e de conectores para sustentação de componentes dentro do material-base. Além disso, há excessivo consumo de ferramentas de usinagem para a fabricação destes componentes dentários.

A técnica de sinterização a laser seletiva (selective laser sintering) é uma técnica de prototipagem, onde os componentes desenvolvidos em softwares 3D são fabricados a partir de deposição de pós metálicos em camadas finas, com simultânea sinterização in situ, permitindo a fabricação de qualquer formato, com precisão em escala micrométrica. A velocidade de fabricação é compatível com a rota de fabricação por CAD/CAM, porém tem como principais vantagens, a precisão dimensional, a possibilidade das mais diversas geometrias, não utilização de ferramentas de usinagem e principalmente a eliminação de perdas com matérias-primas, pois a matéria-prima é integralmente convertida no produto final. Como maior problema, está o alto custo da matéria-prima. Este problema se intensifica devido à falta de fabricantes de matéria-prima no mercado nacional. Com isso o fabricante das máquinas de sinterização a laser, determinam o preço final da matéria-prima e tornam o produto pouco competitivo em relação aos produtos odontológicos fundidos ou usinados por CAD/CAM.

Neste trabalho é proposto um método de fabricação para pós metálicos de Co–Cr–Mo para utilização em máquinas de sinterização a laser seletiva. O processo de fabricação dos pós proposto baseia se na moagem de alta energia. Este processo visa obter distribuição de tamanho de partículas adequadas ao feixe de laser utilizado pela máquina de sinterização, para efetivamente sinterizar (densificar) os corpos prototipados, em seu formato final.

2. OBJETIVOS

O objetivo central desse trabalho é a criação de uma rota de fabricação de pós metálicos, através da moagem de alta energia para uso em equipamentos de sinterização a laser,

Os objetos estudados desta pesquisa foram o estudo de diferentes parâmetros de moagem (velocidade, relação de massa esfera/meio moedor e massa de material) no tamanho e na forma final das partículas, pós esferoidizados de tamanho regular com tamanhos médios entre 0,1 e 0,5 mm, dimensões ideais para o uso na sinterização a laser seletiva.

3. REVISÃO BIBLIOGRAFICA

3.1 Ligas dentaria

As ligas metálicas utilizadas em restaurações dentaria foram introduzidas, cerca de 600 AC [CRAIG R.G., 2004]. Como em muitas aplicações, e necessária a combinação de vários elementos para produzir uma liga com propriedades apreciáveis na área odontológica [ANUSAVICE, 2005]. Estas ligas metálicas são divididas em dois grupos: ligas de metais nobres e outras ligas metálicas.

Ligas de metais nobres: O ouro, prata, platina e paládio são classificados como metais nobres. Dentro destes grupos existem as ligas de alto, médio e baixo teor de ouro e as ligas de prata-paladio. As propriedades da ligas dos metais nobres são: Fácil acabamento superficial, boa resistência à corrosão e excelente biocompatibilidade. A grande desvantagem destas ligas nobres esta relacionada ao alto custo, comparado com as poucos nobres [WATAHA, 2002] [ANUSAVICE, 2005].

Outras ligas metálicas: Inclui a liga de Cobalto-Cromo (Co-Cr), Níquel-Cromo (Ni-Cr), ligas de Titânio (Ti) e aços inoxidáveis. Estas ligas, em geral, possuem propriedades mecânicas superiores as ligas de metais nobres e elevada resistência ao desgaste. A adição de Cr nas ligas de Co-Cr e Ni-Cr, leva a aumento na resistência a corrosão. O seu baixo custo comparado as ligas de metais nobres e um fator decisivo para a sua escolha. [WATAHA, 2002] [ANUSAVICE, 2005] [SANTOS LA, 2012]. A Tabela 1 apresenta a classificação de diferentes liga metálica.

Tabela 1. Classificação das ligas para restaurações metálicas [ANUSAVICE, 2005].

Ligas	Total Metálica	Metal-Cerâmico	Próteses/Implantes
Muito	Au – Ag – Cu – Pd	Au – Pt – Pd	Au – Ag – Cu – Pd
Nobre	Metal-Cerâmico	Au – Pd – Ag (5-12 PESO % Ag)	
		Au – Pd – Ag (>12 PESO % Ag)	
		Au – Pd (sem Ag)	
Nobre	Ag – Pd – Au – Cu	Pd – Au (sem Ag)	Ag – Pd – Au – Cu
	Ag – Pd	Pd – Au – Ag	Ag – Pd
	Ligas Metal-	Pd – Ag	
	Cerâmico	Pd – Cu	
		Pd – Co	
Metais	Ti Puro	Ti Puro	Ti Puro
Base	Ti – Al – V	Ti – Al – V	Ti – Al – V
	Ni – Cr – Mo	Ni – Cr – Mo	Ni – Cr – Mo
	Co – Cr – Mo	Co – Cr – Mo	Co – Cr – Mo
	Co – Cr – W	Co – Cr – W	Co – Cr – W

3.2 A liga Cobalto-Cromo

O estudo dos diagramas de equilíbrio dos sistemas binários Co-Cr, Co-Mo e Cr-Mo é essencial para entendermos o diagrama ternário Co-Cr-Mo, suas microestruturas e propriedades mecânicas. No diagrama Co-Cr pode-se observar a transformação alotrópica, na qual ocorre uma mudança de estrutura cristalina de hexagonal compacta (ϵ Co) para estrutura cristalina Cúbica de face centrada (γ Co) [GUPTA, 2005].

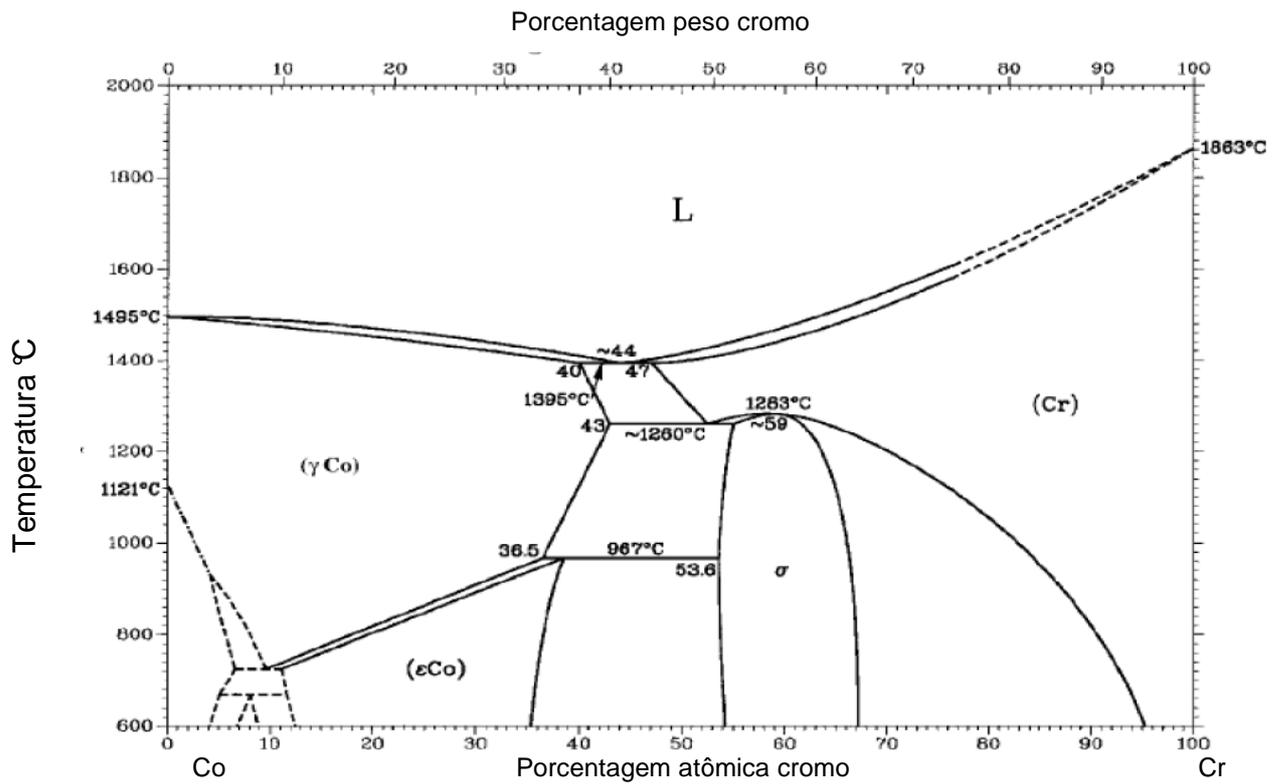


Figura 1 - Diagrama de fase do binário Co-Cr [MASSALSKI, 1990].

Alem disso, no diagrama de fase binário do Co-Cr figura 1 podemos observar uma transformação de fase congruente, aquela que não existe alteração em sua composição química Cr σ (59%Cr) a temperatura 1283°C. A reação eutética L Cr + γ Co ocorre na temperatura de 1397°C. [MASSALSKI, 1990].

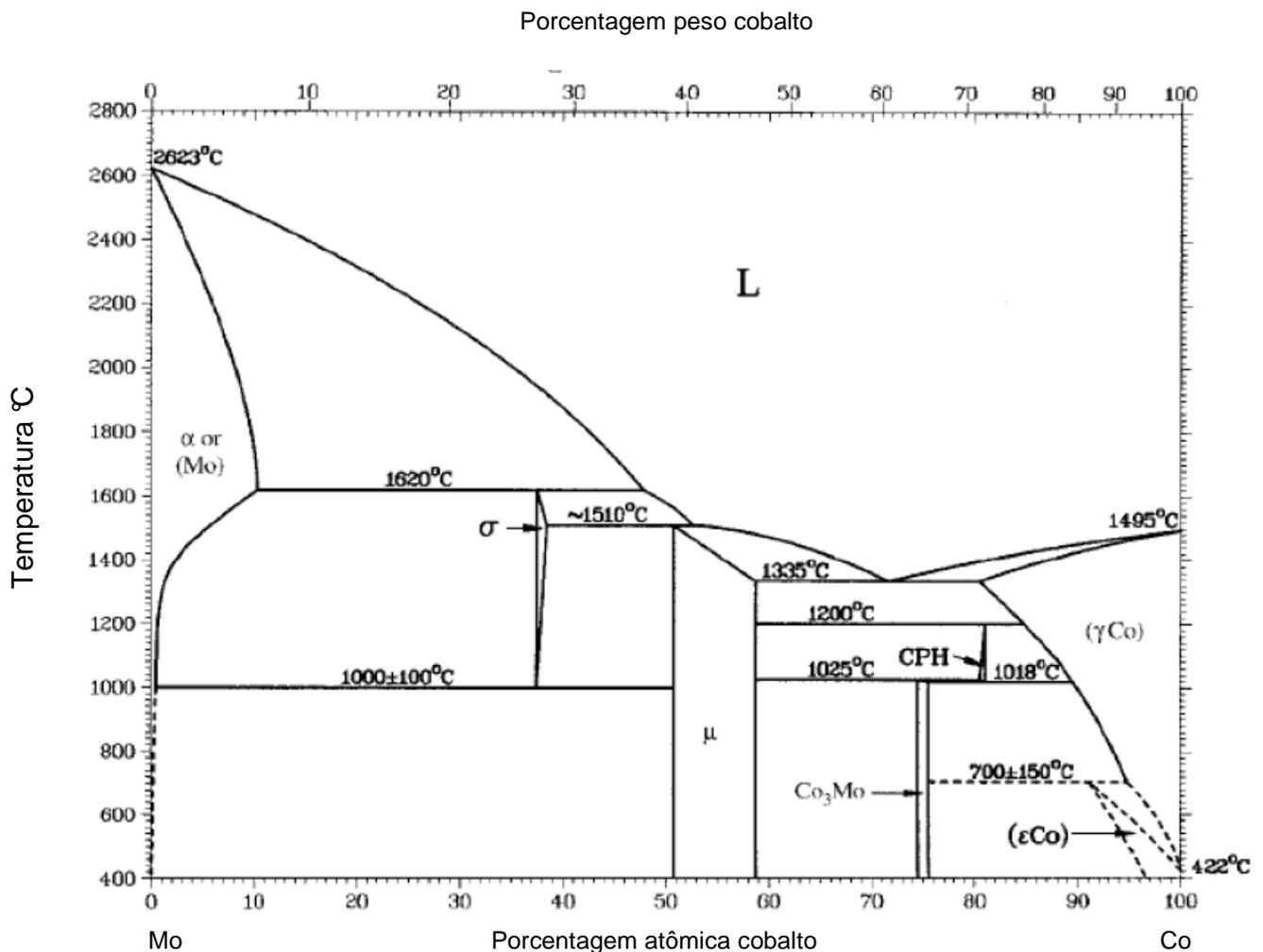


Figura 2 - Diagrama de fase do binário Mo-Co [MASSALSKI, 1990]

Já o sistema Mo-Co figura 2, possui quatro fases intermetálicas, que são: Co_9Mo_2 , Co_3Mo , Co_7Mo_6 (μ) e σ . As fases μ e σ são resultado de reações peritéticas $L + \alpha \mu$ aproximadamente a 1620°C e $L + \sigma \mu$, a aproximadamente 1520°C , além da reação eutética $L \mu + \gamma\text{Co}$ que ocorre a 1355°C [MASSALSKI, 1990].

Ha também três reações peritoides $\mu + \gamma\text{Co}$, $\text{Co}_9\text{Mo}_2 + \mu$, $\text{Co}_3\text{Mo} + \gamma\text{Co}$ e $\text{Co}_3\text{Mo} + \epsilon$, que ocorrem a temperatura de 1200°C , 1025°C e, aproximadamente 700°C respectivamente. Temos ainda duas decomposições eutetoides no diagrama de

equilíbrio Mo-Co que são: Co_9Mo_2 $\gamma\text{Co} + \text{Co}_3\text{Mo}$ e $\sigma \alpha + \mu$, ocorridas na temperatura de, aproximadamente, 1018°C e 1000°C respectivamente [MASSALSKI, 1990].

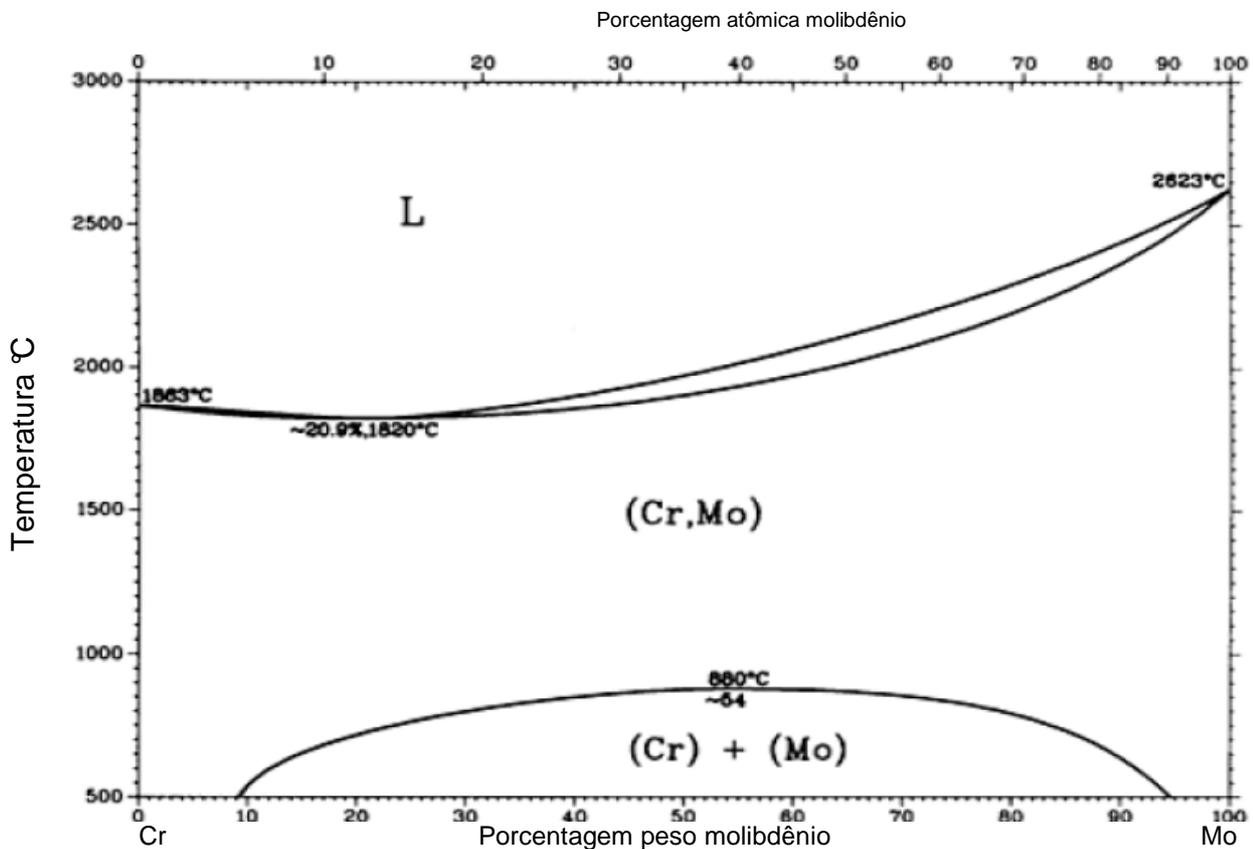


Figura 3 - Diagrama de fase do binário Cr-Mo [MASSALSKI, 1990]

No diagrama de equilíbrio do binário Cr-Mo figura 3 observa-se um sistema isomorfo com as seguintes características: com mínimo de 12,5%Cr em 1820°C. Nos três sistemas binários Co-Cr, Cr-Mo e Co-Mo observamos oito fases intermetálicas. Já na seção isotérmica de 1200°C do ternário Co-Cr-Mo, identificamos o intermetálico R com composição de $\text{Co}_{49}\text{Cr}_{21}\text{Mo}_{30}$ [VARANA, 1998].

Os primeiros estudos do diagrama de fases ternário Co-Cr-Mo foram feitos pelo [RIDEOUT et al, 1951] a 1200°C. A fase μ não foi bem determinada, mas a localização aproximada é dada na figura 3 com base nos diagramas binários [VARANA, 1998]. Entre as duas fases μ e σ encontramos uma região intermetálico R, na qual sua composição foi verificada a aproximadamente 39-44% massa de Co e de 38-43% Mo, respectivamente.

A estrutura cúbica de face centrada (CFC) γ é determinada com solubilidade máxima de até 21% massa de Mo. O aumento do teor de Cr e Mo aumenta também a dureza da liga de Co-Cr-Mo, figura 4 devido ao aumento do volume das fases precipitadas [KILNER et al, 1982].

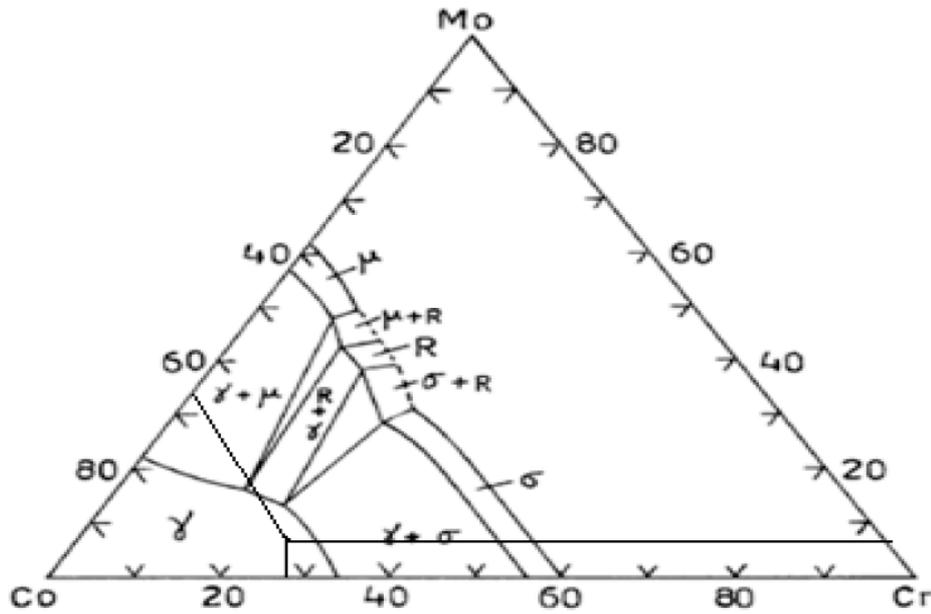


Figura 4 - Diagrama de Co-Cr-Mo na seção isotérmica a 1200°C [GUPTA, 2005]

3.2.1 Ligas de cobalto-cromo-molibdênio

Elwood Haynes foi o primeiro a investigar as ligas a base de cobalto no início do século XX. Haynes identificou dois elementos químicos, o tungstênio e o molibdênio, que poderiam ser utilizados para formarem os ternários Co-Cr-Mo e Co-Cr-W, gerando ligas com ótimas propriedades mecânicas. E inicialmente estas ligas foram aplicadas em ferramentas de corte de materiais porque tinham elevada resistência mecânica em temperaturas elevadas. As primeiras ligas a base de cobalto foram usadas em arados, furadeiras e válvulas de motores de combustão interna [ASTM INTERNACIONAL, 2000]. Entre as décadas de 1930 e 1940, ligas a base de cobalto para a corrosão e aplicações de elevada temperatura foram desenvolvidas [ASTM INTERNACIONAL, 2000].

Uma outra aplicação das ligas a base de cobalto e na área biomédica, com o desenvolvimento da liga Vitallium (60% de Co, 20% de Cr e 5% de Mo), em 1932, pelo pesquisador americano Albert W. Merrick. Esta liga foi considerada inerte e compatível com o tecido corporal. A liga Vitallium é aplicada em componentes cirúrgicos, principalmente em partes do crânio, parafusos e juntas de quadril. A elevada resistência à corrosão e sua boa biocompatibilidade fizeram com que esta liga se tornasse uma alternativa nas áreas de ortopedia, odontologia, neurologia e cardiologia [DISEGI & KENNEDY, 1999].

As ligas de Co-Cr-Mo sofreram poucas alterações com relação às ligas do início do século XX as diferenças mais importantes dizem respeito ao controle de carbono (formação de carbonetos e sua microestrutura durante a solidificação) e o modo de fabricação da liga de Co-Cr-Mo (fundição, forjamento ou metalurgia do pó) [ASTM INTERNACIONAL, 2000]. A American Society for Testing and Materials (ASTM) lista quatro ligas de Co que são recomendadas para aplicação em implantes cirúrgicos: liga de revestimento Co-Cr-Mo (F75); e as ligas trabalhadas Co-Cr-W Ni (F90), Co-Ni-Cr-Mo (F562) e Co-Cr-Mo (F1537) [ASTM INTERNACIONAL, 2008].

A Tabela 2 mostra a composição química da liga ASTM F1537- 00 (forjada) e da liga ASTM F75-00 (fundida) [ASTM INTERNACIONAL, 2008].

Tabela 2. Composição Química das ligas ASTM F1537 e ASTM F75 [NEVELOS, 2004] Composição (%p).

	ASTM F75-00		ASTM F1537-00	
	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo
Cromo	27,00	30,00	26,00	30,00
Molibdênio	5,00	7,00	5,00	7,00
Níquel	X	1,00	X	1,00
Ferro	X	0,75	X	0,75
Carbono	X	0,35	X	0,35
Silício	X	1,00	X	1,00
Manganês	X	1,00	X	1,00
Nitrogênio	X	X	X	0,25
Cobalto	Balanço		Balanço	

Um dos efeitos da adição do cromo e o aumento da resistência à corrosão na liga a base de cobalto. Além disso, a adição do cromo age como estabilizador da

estrutura hexagonal compacta do cobalto (ϵ Co), diminuindo a energia de falha de empilhamento da rede cristalina (EDE) e aumentando o índice de biocompatibilidade da liga Co-Cr-Mo [VARANA, 1998].

Já o molibdênio é utilizado nas ligas a base de cobalto porque produz grãos mais finos e resulta numa maior resistência mecânica da liga após à fundição ou forjamento; além disso, o molibdênio é também estabilizador da estrutura cristalina hexagonal compacta (HC) [VARANA, 1998].

O carbono foi originalmente incluído para reduzir o ponto de fusão das ligas a base de cobalto. A idéia principal de reduzir o ponto de fusão foi produzir produtos com geometria mais complexa. Com o avanço dos estudos, descobriu-se que altas concentrações de carbono melhoram os níveis de resistência ao desgaste, porém, poderão ocasionar falhas por fadiga, ou seja, uma fratura de aparência frágil, decorrente de carregamento dinâmico e após um longo período de serviço [VARANA, 1998].

As ligas com baixo teor de carbono são aquelas que possuem concentração mássica abaixo de 0,14% de carbono na liga a base de cobalto, ou seja, concentração de carbono não incluída na liga intencionalmente. A menor concentração de carbono resulta em pouca e menor precipitação de carbonetos em toda a liga, assim melhorando a sua trabalhabilidade, porém, reduzindo a sua resistência mecânica. Outro fato importante é que o aumento da precipitação de carbonetos diminui a concentração de molibdênio e cromo na solução sólida [NARAYAN, 2009].

Como se pode observar na tabela 2, não há grande diferença composicional entre os materiais das normas ASTM F75 e ASTM F1537; a diferença está na maneira em que os materiais são processados: a liga ASTM F75 é fundida pelo processo de cera perdida, entre 1350°C-1450°C enquanto a liga 66Co-28Cr-6Mo é conformada termomecanicamente (forjamento).

O processo de fusão primário utilizado para ligas a base de cobalto é a fusão por indução a vácuo (vacuum induction melting - VIM), porém, as matérias-primas para fusão devem possuir o mínimo possível de impurezas, pois o VIM possui baixa capacidade de refino. Por isso, não é recomendado o emprego de sucata para esta aplicação, devido a possíveis níveis elevados de carbono e fósforo na liga. [DISEGI & KENNEDY, 1999].

Tabela 3 que mostra algumas propriedades das ligas ASTM F1537 de alto e baixo carbono e da liga ASTM F75:

Tabela 3. Propriedades das ligas ASTM F1537 e F75 [DISEGI & KENNEDY, 1999].

PROPRIEDADES	MATERIAL		
	ASTM F1537 Baixo carbono	ASTM F1537 Alto carbono	ASTM F75 Alto carbono
Porcentagem de carbono (% p)	>0,14	0,14-0,35	>0,20
Processo de fabricação	Forjada	Forjada	Fundida
Tamanho médio de grão (μm)	< 10	< 10	30 até 1000
	> 2 μm	> 2 μm	~20 μm
Carbonetos	Distribuído	Contornos de	Contornos de
	uniformemente	Grãos	grãos
Dureza (Rockwell C)	30 até 40	40 até 50	25 até 35

A liga ASTM F1537 é composta por pequenos grãos normalmente inferiores a 10 μm de diâmetro, enquanto a liga ASTM F75 é composta por grãos maiores, que variam de 30 a 1000 μm de diâmetro. As diferenças entre as ligas ASTM F1537 de alto e baixo carbono estão na quantidade, tamanho e distribuição dos carbonetos, pois a liga de alta concentração de carbono é caracterizada por uma alta densidade de carbonetos, geralmente distribuídos nos contornos dos grãos, enquanto na de baixo carbono os carbonetos são menores e uniformemente distribuídos em toda a liga [DISEGI & KENNEDY, 1999]. Com relação ao tamanho médio dos carbonetos na liga ASTM F1537, a de baixo carbono possui tamanho inferior a 2 μm , enquanto a de alto teor de carbono varia de 2 a 5 μm . A liga ASTM F75 fundida possui carbonetos maiores e, principalmente, concentrados nos contornos de grão [ROSENTHAL et al, 2010]. Já o tamanho médio destes carbonetos da liga ASTM F75 é cerca de 20 μm de diâmetro [ASTM INTERNACIONAL, 2008]. A dureza Rockwell C das ligas à base de cobalto variou de 25 a 35, 30 a 40 e 40 a 50 para a liga ASTM F75 (fundida), ASTM F1537 de baixo e alto carbono, respectivamente. Na Tabela 4 são listadas algumas das propriedades mecânicas das ligas mais utilizadas em implantes:

Tabela 4. Propriedades Mecânicas dos Implantes [VARANA, 1998].

Material	Módulo de Young (GPa)	Tensão de escoamento (MPa)	Resistência a fadiga (MPa)
Aço inoxidável	190	792	310-448
ASTM F75	210	448-517	207-310
ASTM F1537	210	896-1200	600-896
Ti-6%Al-4%V	116	896	620

As propriedades mecânicas da liga ASTM F1537 são excelentes quando comparadas a outras ligas (aço inoxidável, ASTM F75, Ti-6Al-4V), porém sua única desvantagem é o elevado módulo de Young em comparação a ligas de aço inoxidável e Ti-6Al-4V. O módulo de Young é um parâmetro mecânico relacionado à rigidez de um material sólido [DISEGI & KENNEDY, 1999].

3.3 Moagem de alta energia

O processo de "moagem de alta energia" (MAE) estável ou mechanical alloying consiste inicialmente em misturar pós nas proporções corretas pretendidas, e em seguida carregar o pó misturado no meio de moagem (composto por esferas metálicas ou cerâmicas). Esta mistura é, fragmentada, ao longo de um tempo desejado até que atinja um "estado constante", ou seja, quando a composição de cada partícula do pó for a mesma em todo o sistema ou quanto atingir um tamanho de partícula estável. O pó moído é então, consolidado na geometria desejada e tratado termicamente para que se obtenha uma microestrutura de interesse e propriedades adequadas. Assim sendo, basicamente os componentes mais importantes em um processo de moagem de alta energia (MAE) são: os materiais iniciais, o moinho utilizado, e as variáveis do processo [SURYANARAYANA, 2001].

3.3.1. O Material de partida

Os materiais iniciais utilizados para a moagem de alta energia (MAE) são, na maioria, pós de alta pureza, com diversificados tamanhos de partículas iniciais. Esses pós podem ser chamados também de “pós de partida”. O tamanho inicial de partícula do pó de partida não é muito crítico, sendo considerada como exigência elementar, que esse pó seja menor do que o tamanho das esferas de moagem. Isto porque o tamanho de partícula do pó diminui exponencialmente com o tempo.

Usualmente na MAE, a carga do pós-metálicos, constitui ao menos 15 % em volume de um pó compressível deformável do metal [SURYANARAYANA, 2001]. Entretanto, misturas de materiais inteiramente frágeis podem ser usadas, com a obtenção de grande eficiência de usinagem [KOCH, 1991]. Misturas dos pós, dúctil-dúctil, dúctil-frágil e frágil-frágil podem ser moídas para produzir novas ligas. Além disso, a moagem de alta energia utilizando meio líquido já apresentou prósperos resultados em trabalhos anteriores [IVANOV, 1992; YAMAZAKI, et al., 1997]. Este tipo de moagem de pós metálicos quando moídos em um meio líquido, é denominada “moagem a úmido” [OKADA, et al., 1992; BELLOSI, et al., 1997].

A moagem úmida é um método mais apropriado do que a moagem seca para obter produtos de moagem mais finos porque as moléculas solventes são adsorvidas nas novas superfícies das partículas, abaixando assim sua energia de superfície. A condição menos-aglomerada apresentada pelas partículas do pó na moagem úmida é também um fator útil. A taxa de amorfização é mais rápida durante a moagem úmida do que durante a moagem seca [DOLGIN, et al., 1986]. Uma desvantagem de se moer a úmido, entretanto, é que aumenta a contaminação do pó e possibilidade de oxidação das partículas metálicas. Assim, a maioria das operações de MAE e MM (moagem mecânica) vêm sendo, realizadas a seco.

3.3.2 Moinho Planetário

O moinho de bolas planetário é assim chamado devido ao movimento de seus jarros que se assemelham ao movimento de um planeta. Estes são acomodados em um disco de sustentação giratório e um mecanismo de movimentação especial faz com que girem em torno de seus próprios eixos. As velocidades tangenciais produzidas pelos jarros que giram em torno de seus próprios eixos e a produzida pelo disco que gira os jarros no moinho fazem com que a moagem seja de alta eficiência. A figura 5 apresenta este tipo de moinho.

(a)



(a)



Figura 5 - a -) Modelo de Moinho de bolas planetário marca Fritsch [SANTOS,2008],[ALEMMAR, 2013].

Os jarros e o disco de suporte girando em sentidos opostos provocam a ação das velocidades tangenciais de forma alternada. Isto faz com que as esferas desçam

pelas paredes internas dos jarros, gerando o efeito da fricção seguido pelo material sendo moído e pelas esferas viajando livremente através da câmara interna do jarro e colidindo de encontro à parede interna oposta, gerando o efeito de impacto.

3.3.3 Variáveis do Processo de moagem

A moagem de alta energia é um processo complexo e envolve a otimização de um número considerável de variáveis para conseguir a fase, morfologia e/ou a microestrutura desejada do produto. Alguns dos parâmetros importantes que têm efeito na constituição final do pó são [SANTOS, 2008]:

- . tipo de moinho
- . recipiente de moagem
- . velocidade de moagem
- . tempo de moagem
- . tipo, tamanho, e distribuição do tamanho no meio de moagem
- . relação em peso entre as esferas e o pó
- . atmosfera de moagem.
- . temperatura de moagem.

Todas estas variáveis de processo são interdependentes. Por exemplo, o melhor tempo de moagem depende do tipo de moinho, do tamanho do meio de moagem, da temperatura de moagem, da relação esfera-pó, etc. A seguir, são apresentadas as variáveis do processo de importância para o entendimento do fenômeno da moagem.

3.3.3.1 Tipo de moinho

Distintos modelos de moinhos diferem em sua capacidade, velocidade de operação, em sua habilidade de controlar a operação variando a temperatura de moagem e nas diferenças, no que diz respeito à minimização da contaminação dos pós. Um moinho apropriado pode ser escolhido dependendo do tipo e da quantidade do pó, e da constituição final requerida. Os moinhos de bola planetários Fritsch Pulverisette são utilizados para produzir grandes quantidades do pó moído, aumentando assim a produtividade do processo.

3.3.3.2 Recipiente de moagem

O material utilizado para o recipiente de moagem é importante, pois, devido ao impacto do meio de moagem com as paredes internas do recipiente, um pouco de material será desagregado e incorporado ao pó. Isto pode contaminá-lo ou alterá-lo quimicamente. Se o material do jarro de moagem for diferente ou de menos dureza do que o material do pó estudado, este pode ser contaminado pelo jarro de moagem. Por outro lado, se os dois materiais forem os mesmos, o material pode ser alterado quimicamente, a menos que precauções apropriadas sejam tomadas para compensar a quantidade adicional do elemento incorporado ao pó [SURYANARAYANA, 2001].

3.3.3.3 Velocidade de moagem

O aumento da velocidade de moagem, nem sempre promover aumento da eficiência de moagem. Dependendo do projeto do moinho, existem determinadas limitações à velocidade máxima que poderia ser empregada. Por exemplo, em um moinho de bolas convencional o aumento da velocidade da rotação aumenta a velocidade com que as esferas se movem. Acima de uma velocidade crítica, as esferas serão fixadas às paredes internas do recipiente de moagem, impedindo as sub-

sequentes quedas livres e, portanto, não exercerão nenhuma força de impacto. Consequentemente, a velocidade máxima deve ser exatamente abaixo deste valor crítico, de modo que as esferas se desprendam, podendo gerar o impacto necessário e energia máxima de colisão.

Uma outra limitação à velocidade máxima ideal, é que, em velocidades elevadas, a temperatura do jarro pode aumentar significativamente. Isto pode ser vantajoso em alguns casos onde é necessária a ocorrência de difusão para homogeneizar e/ou promover a liga nos pós [SURYANARAYANA, 2001]. Mas, em alguns casos, este aumento na temperatura pode ser uma desvantagem porque acelera o processo de transformação e resulta na decomposição das soluções sólidas supersaturadas ou de outras fases metaestáveis durante a moagem [KALOSHKIN, et al., 1997].

3.3.3.4 Tempo de moagem

O tempo de moagem é o parâmetro mais importante dentro do processo de moagem. Normalmente o tempo é determinado em função da necessidade de se atingir um estado constante entre fraturar as partículas e soldá-las a frio, nas paredes do recipiente. Os tempos ideais variam dependendo do tipo de moinho usado, da intensidade de moagem, da relação entre esfera e pó, e da temperatura de moagem. Estes tempos têm que ser escolhidos para cada combinação dos parâmetros anteriormente citados e de acordo com a particularidade do seu sistema de pós. Deve-se considerar que o nível de contaminação e de fases indesejáveis formadas aumenta, se o pó for moído por tempos muito maiores do que o requerido para o sistema [SURYANARAYANA, 1995]. Consequentemente, é desejável que o pó seja moído apenas pelo tempo requerido e não mais do que isso.

3.3.3.5 Ambiente de moagem

Aço ferramenta, aço inoxidável, liga de WC-Co e Si_3N_4 são alguns dos tipos mais comuns de materiais usados no meio de moagem. A densidade do meio de moagem deve ser alta o bastante de modo que as esferas tenham bastante força de impacto no pó. Entretanto, alguns materiais especiais são usados no meio de moagem, e estes incluem o cobre [SURYANARAYANA, et al., 1999], o titânio [CHU, et al., 1992], o nióbio [LARSON, et al., 1977], a zircônia (ZrO_2) [BISWAS, et al., 1996; KATAMURA, et al., 1996], a ágata [OHTANI, et al., 1997; EL-ESKANDARANY, 1996], entre outros. É desejável, sempre que possível, ter o jarro de moagem e o meio de moagem feitos do mesmo material que o pó que está sendo moído para evitar uma possível contaminação, mesmo que altere a composição química do pó.

O tamanho e a geometria do meio de moagem também proporcionaram uma grande influência na eficiência da moagem. Geralmente, um tamanho grande (e a densidade elevada) do meio de moagem é útil, pois o peso maior das esferas transferirá uma maior energia no impacto contra as partículas do pó. Em outros trabalhos [WATANABE, et al., 1991; PARK, et al., 1992] relatou-se que uma fase amorfa pôde ser produzida mais rapidamente, em ligas de Ti-Al, quando se utilizou esferas de aço de 3/16" de diâmetro comparada com quando se utilizou esferas de 3/4" de diâmetro. De fato, em alguns casos, a fase amorfa não foi produzida e somente o composto cristalino estável se formou quando a moagem foi realizada com as esferas de aço grandes [WATANABE, et al., 1991]. Em estudos relacionados ao composto Ti-Al, foi verificado que uma fase amorfa se formou somente quando a mistura dos pós de Ti-Al foi moída utilizando esferas de 5 ou 8 milímetros de diâmetro; a fase amorfa não se formou quando foram utilizadas esferas de 12 milímetros de diâmetro [PARK, et al., 1992; GUO, et al., 1994].

Uma situação similar foi relatada também no sistema Pd-Si onde se observou que um tamanho menor de esferas favoreceu a formação da fase amorfa [PADELLA, et al., 1991]. Uma explicação coerente para as ocorrências citadas anteriormente é o fato das esferas menores produzirem uma ação de fricção intensa, que promoveria a formação da fase amorfa. Em resumo, há indícios que as condições de moagem "suaves"

(tamanhos pequenos de esferas, energias mais baixas, e relações mais baixas entre esfera e pó) favorecem a amorfização ou a formação de fases metaestáveis [SURYANARAYANA, et al., 1999; GUO, et al., 1994; GERASIMOV, et al., 1991; LIU, et al., 1997].

Nos estágios iniciais de moagem, o pó que está sendo moído começa a revestir a superfície do meio de moagem e chega a ser soldado a frio. Isto se torna uma vantagem por impedir o desgaste excessivo do meio de moagem evitando assim a contaminação do pó devido ao desgaste do meio de moagem. Entretanto, a espessura desta camada deve ter um limite para evitar a formação de um produto final heterogêneo [GILMAN, et al., 1983]. A desvantagem do revestimento do pó é a sua dificuldade no destaque, e assim o rendimento do pó fica reduzido.

Mesmo que a maioria dos pesquisadores use, em geral, uma só dimensão para o meio de moagem existe alguns exemplos de quando as esferas feitas sob medidas diferentes foram utilizadas em um mesmo trabalho [ATZMON, 1990]. Supõe-se que é possível atingir uma maior energia de colisão se as esferas tiverem diferentes diâmetros [GAVRILOV, et al., 1995]. Relatou-se também que uma combinação de esferas grandes e pequenas durante a moagem minimiza a quantidade de soldagem a frio e a quantidade de pó que reveste a superfície das esferas [TAKACS, et al., 1994]. Embora nenhuma explicação específica seja dada para o melhor rendimento sob estas circunstâncias, é possível que as esferas feitas sob medidas diferentes produzam forças cisalhantes que possam ajudar a destacar o pó da superfície das esferas.

3.3.3.6 Relação de peso esfera-pó de moagem

A relação de peso das esferas com o pó (BPR), muitas vezes denominado como a relação de carga (CR), é uma variável importante no processo de moagem. Isto foi testado por diferentes pesquisadores, de um valor tão baixo quanto 1:1 [CHIN, et al., 1997] a tão alto quanto 220:1 [KIS-VARGA, et al., 1996]. Em geral, é utilizada a relação 10:1 ao moer pós em um moinho pequeno de capacidade, tal como um moinho SPEX. Mas quando a moagem é realizada em um moinho de capacidade grande, como um attritor, uma BPR mais elevada de 50:1 ou até 100:1 é utilizada.

A BPR tem um efeito significativo no tempo requerido para conseguir-se uma fase desejada no pó que está sendo moído. Quanto mais elevado a BPR, mais curto é o tempo necessário para sua obtenção. Por exemplo, a formação de uma fase amorfa em uma mistura de pó com a composição Ti-33% foi obtida nas moagens, utilizando as seguintes configurações: moinho SPEX em 7 h com uma BPR de 10:1, em 2 h com uma BPR de 50:1 e em 1 h com uma BPR de 100:1 [SURYANARAYANA, et al., 1992]. Em uma BPR elevada, por causa de um aumento na proporção entre o peso das esferas e do pó, o número de colisões por unidade de tempo aumenta e, conseqüentemente, a energia é transferida mais rapidamente às partículas do pó e, assim, a liga se forma mais rapidamente. Também é possível que, devido à energia mais elevada, mais calor seja gerado e isto possa mudar a constituição do pó. A fase amorfa formada pode chegar a cristalizar-se caso a ascensão da temperatura seja substancial.

3.3.3.7 Atmosfera de moagem

O principal efeito da atmosfera de moagem está na contaminação do pó. Em função disso, os pós devem ser moídos em recipientes que foram evacuados ou cheios com um gás inerte, tal como o argônio ou o hélio. Por exemplo, o nitrogênio é em ambiente que normalmente elimina a possibilidade de oxidação, porém reage com pós metálicos e, conseqüentemente não pode ser usado para impedir a contaminação durante a moagem, a menos que o interesse sejam nitretos [SURYANARAYANA, 2001]. O argônio de alta pureza é o ambiente mais comum na prevenção da oxidação e/ou contaminação do pó.

Normalmente, a carga e descarga dos pós no jarro são realizadas dentro das chamadas glove boxes, que são ambientes de atmosfera controlada e operadas com luvas. A glove box geralmente é evacuada repetidas vezes com purga de gás argônio. Alguns pesquisadores realizaram a operação utilizando moinhos localizados dentro das glove boxes. Diferentes atmosferas são utilizadas durante a moagem para determinada finalidade específica. As atmosferas de nitrogênio (N₂) ou de amônia (NH₃) foram utilizadas para produzir nitretos [MIKI, et al., 1992; CALKA, et al., 1992]. Uma

atmosfera de hidrogênio foi utilizada para produzir hidretos [CHEN, et al., 1996]. A presença de ar nos jarros tem mostrado a formação de produtos como óxidos e nitretos dos pós, principalmente se o pó apresenta reatividade por natureza. Por isso, deve-se ter extremo cuidado quando não se pretende formar outras fases, como óxidos e nitretos, utilizando-se uma atmosfera inerte no jarro durante a moagem.

O tipo de atmosfera parece também afetar a natureza final da fase. Por exemplo, mostrou-se que quando as misturas do pó de Cr-Fe foram moídas em tipos diferentes de atmosferas, a constituição final do pó também foi diferente [OGINO, et al. 1990]. Quando o pó foi moído em uma atmosfera de argônio, nenhuma fase amorfa foi formada e picos do Cr remanescentes foram encontrados no difratograma de raios X. Por outro lado, quando o pó foi moído em ar, contendo argônio ou uma atmosfera de nitrogênio, o pó tornou-se completamente amorfo. Similarmente, mostrou-se que o oxigênio realça a cinética de amorfização no sistema de Ni-Nb [LEE, et al., 1987].

3.3.3.8 Temperatura de moagem

A temperatura de moagem é um outro parâmetro importante e decisivo na constituição do pó moído. Estando o processo de difusão envolvido na formação de fases e sendo o produto final, soluções sólidas, estruturas intermetálicas, partículas de tamanhos diferentes, amorfizações e etc., espera-se que a temperatura de moagem tenha um efeito significativo em toda formação de liga. Existem poucas pesquisas relatando a variação de temperatura de moagem intencional. Isto foi feito pelo gotejamento de nitrogênio líquido no recipiente de moagem para abaixar a temperatura, ou utilizando eletricidade para aquecer o jarro de moagem. Este estudo foi feito para verificar a influencia de diferentes temperaturas de moagem nas formações de fase, amorfizações, tamanho de partícula e etc.

A formação de uma fase amorfa por moagem mecânica (MM) ocorre por um mecanismo diferente do que durante a moagem de alta energia (MAE) . O aumento da energia livre da fase cristalina pela introdução de defeitos, tais como a desordem química aleatória ou o aumento da área do contorno de grão que leva à formação de

uma estrutura nanocristalina, são consideradas responsáveis pela amorfização durante a MM. O que ocorre é que a MM é utilizada para a redução de tamanho de partículas ou para outras transformações que envolvam o mesmo material, sem mistura, já na MAE o objetivo é que aconteça a transferência de massa de pós misturados até que se atinja uma certa homogeneidade.

Portanto, o esperado é que maiores temperaturas de moagem favoreçam a MAE já que deve contribuir na cinética de difusão do processo, enquanto que na MM altas temperaturas de moagem podem dificultar, por exemplo, a manutenção de grãos pequenos, diminuindo a extensão dos contornos, conseqüentemente reduzindo a energia livre do sistema, o que dificulta a amorfização para este caso [SURYANARAYANA, 2001].

3.3.4 Mecanismo de amorfização

Os mecanismos de amorfização por MA e/ou por MM não estão totalmente estabelecidos e claramente compreendidos. Alguns trabalhos [ERMAKOV, et al., 1981; ERMAKOV, et al., 1982] propuseram que as partículas do pó fundem por causa das altas taxas de deformação plástica, e conseqüentemente aumenta a temperatura do pó. A extinção do líquido pela condução de calor da região menos deformada, e conseqüentemente mais fria, do interior da partícula, resulta na formação da fase amorfa. Entretanto, os cálculos de entrada de energia e as medidas de temperatura sugerem que a ascensão da temperatura não é grande o bastante para que as partículas do pó cheguem a fundir. Durante a MM, uma desestabilização da fase cristalina está prevista para acontecer, pelo acúmulo de defeitos estruturais tais como vacâncias, discordâncias, contornos de grão, etc. Em um sistema intermetálico, por exemplo, estes defeitos elevam a energia livre do sistema para um nível mais alto do que a da fase amorfa e, conseqüentemente, torna possível a sua formação.

Muitas tentativas para que se entenda o funcionamento da amorfização na MA são sugeridos por pesquisadores. Algumas condições, por exemplo, como níveis de energia do sistema, temperaturas esperadas no interior dos jarros, estruturas cristalinas e etc. foram propostas para a amorfização em intermetálicos

[SURYANARAYANA, 2001]. Recentes estudos referentes a moagem de alta energia de materiais supercondutores mostraram que a amorfização parece começar a aparecer nas amostras de intermetálicos já em tempos curtos de moagem [SANTOS, 2007],[SANTOS, 2008].

Esses curtos tempos de moagem poderiam representar níveis energéticos insuficientes para uma amorfização, porém essa observação contradiz os resultados obtidos nesses trabalhos, o que vem mais uma vez mostrar, que as teorias relacionadas a amorfização, ainda são bastantes incertas devido à dificuldade de previsão dos níveis energéticos atingidos no interior dos recipientes de moagem.

3.4 Prototipagem rápida na área médico-odontológica

A Prototipagem Rápida vem se consolidando no meio industrial como uma tecnologia imprescindível para agilizar o desenvolvimento de novos produtos. Sua utilização permite a detecção de erros nas fases iniciais do projeto evitando retrabalhos. Com isso é possível antecipar o lançamento do novo produto e ganhar em competitividade. No Brasil, essa tecnologia está se constituindo em uma verdadeira revolução na área odontológica, pois nos últimos anos diferentes sistemas de prototipagem vêm sendo inseridos no mercado.

No desenvolvimento de novos produtos, a Prototipagem Rápida tem demonstrado ser uma importante ferramenta, pois permite a verificação da funcionalidade de componentes em montagens, avaliação de forma e função, avaliação da manufaturabilidade, disponibilização de pré-séries, redução no tempo de projeto, entre outras. Na área Médico-Odontológica esta tecnologia está sendo progressivamente introduzida como uma importante etapa, pois o uso de protótipos, que reproduzem com boa precisão a anatomia da região de interesse, permite melhorar bastante a visualização facilitando o planejamento cirúrgico, diminuindo o tempo das cirurgias e minimizando a chance de erros.

3.4.1 Tecnologias de Prototipagem Rápida

A Prototipagem Rápida é um processo aditivo construtivo utilizado para obtenção de protótipos diretamente de um modelo tridimensional. As geometrias podem ser obtidas utilizando um programa de modelagem sólida (CAD) ou pela conversão de arquivos obtidos de scanners 3D ou de tomógrafos. Esta tecnologia surgiu no final dos anos 80 e desde então tem sido utilizada por diversas áreas de conhecimento. Dentre os inúmeros processos desenvolvidos apenas alguns se consolidaram no mercado, como a Estereolitografia, Modelagem por Fusão e Deposição e Sinterização Seletiva a Laser:

A sinterização Seletiva a Laser (SLS): Foi desenvolvido na Universidade do Texas (EUA) e permite a construção de modelos físicos utilizando materiais na forma de pó. O pó é processado em um ambiente inerte e termicamente controlado no interior de uma câmara. Ele atinge a temperatura de fusão (sinterização) por ação de um laser de CO₂. Depois que uma camada é sinterizada, uma nova é depositada e assim sucessivamente até finalizar a construção da peça. Este processo exige um trabalho de pós-processamento para melhorar o acabamento das superfícies e a sua grande vantagem é a variedade de materiais que podem ser utilizados, incluindo os metais.

3.4.2 Sinterização a Laser Seletiva

A sinterização seletiva a laser é baseada na fusão de materiais particulados através de uma fonte de calor fornecida por um feixe de laser. Uma das vantagens deste processo de prototipagem rápida é a possibilidade de utilizar diversos materiais como metais, cerâmicas e polímeros. Segundo [VOLPATO, 2001], existem duas abordagens para a sinterização por laser: Direta e Indireta. A direta é quando o material é sinterizado pela ação direta do laser e a indireta (somente para metais e cerâmicas) ocorre quando um material ligante é utilizado para dar forma ao objeto fabricado que posteriormente será sinterizado em um forno. Os sistemas disponíveis de sinterização a laser são similares e funcionam basicamente como o esquema apresentado na figura 6

a seguir. O equipamento funciona com uma plataforma onde são depositadas camadas de pó e, para cada camada de pó depositada, um scanner de espelhos galvanométricos direcionam um feixe de laser sobre a superfície de pó, fazendo com que o pó seja sinterizado e unido à camada anteriormente feita.

Atualmente os dois principais fabricantes de equipamentos de sinterização a laser no mundo são a 3D Systems (E.U.A.) e a Alemã EOS GmbH (Figura 6). O sistema norte-americano da 3D Systems funciona para metais, cerâmicas e plásticos.

No entanto a sinterização direta só ocorre para os plásticos. A EOS GmbH possui uma máquina específica para cada classe de material, sendo que a sinterização de metais e cerâmicas é diretamente realizada pelo feixe de laser para todos os materiais.

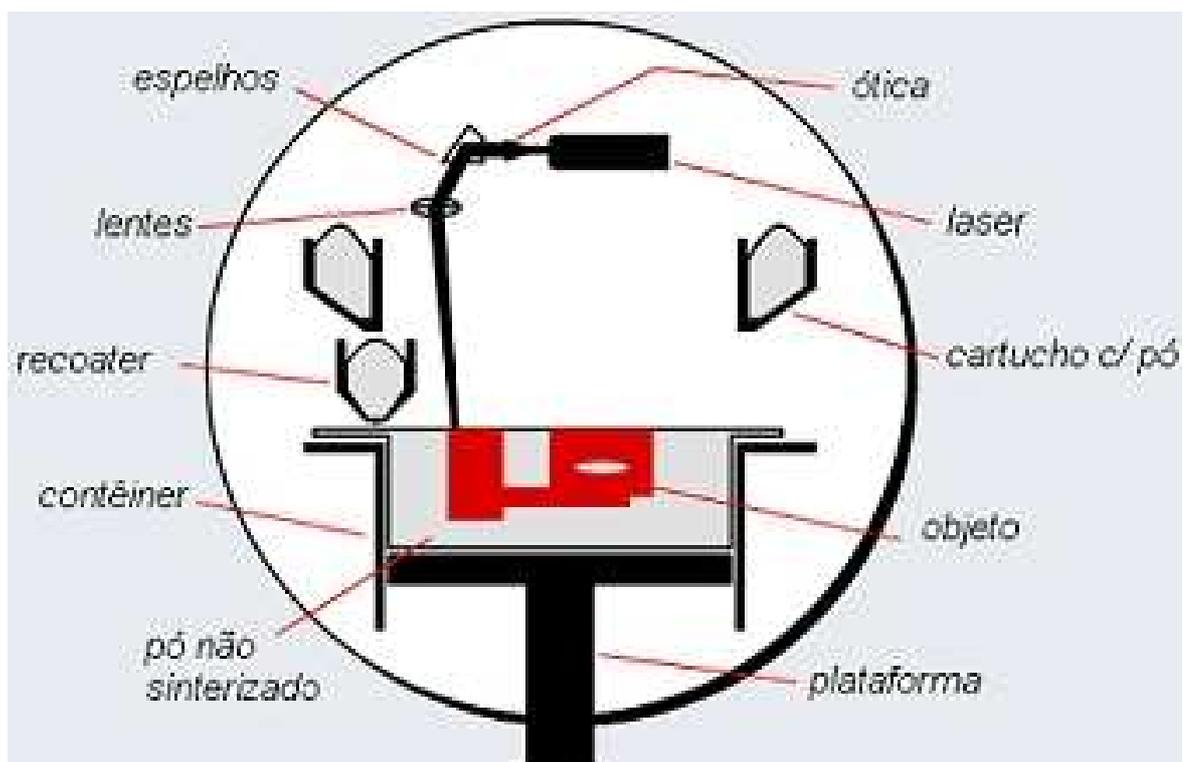


Figura 6 - Esquema de um sistema de sinterização a laser [EOS, 2013]

Os parâmetros mais importantes para a fabricação de objetos através da sinterização a laser são: a potência do laser, a velocidade de deslocamento do feixe, o

espaçamento entre as “passadas” do feixe do laser e o tamanho e forma das partículas pós esferoidizados de tamanho regular com tamanhos médios entre 0,1 e 0,5 mm, dimensões ideais para o uso na sinterização a laser seletiva [VOLPATO; 2001].

Normalmente são encontrados dois tipos de laser utilizados nos sistemas SLS: CO₂ e Nd:YAG. A potência do laser necessária para sinterizar um pó varia consideravelmente com o material que está sendo processado. Além disso, outros fatores como densidade da potencia do laser e o tamanho do comprimento de onda, influenciam na eficiência da sinterização.

Por isso o laser de Nd:YAG que possui comprimento de onda de 1,06nm é recomendado para uso na sinterização de metais e cerâmicas. Para o laser de CO₂ que tem comprimento de onda maior 10,6nm a aplicação é voltada para polímeros. No entanto, isso não significa que um tipo de laser não possa ser utilizado para sinterizar outra classe de materiais. A potencia dos lasers variam muito de material para material, mas 25 a 50 Watts é comumente utilizado para polímeros e de 200 a 1000 Watts para metais e cerâmicas.

A velocidade de deslocamento do feixe do laser influencia na sinterização simultaneamente com a potência. A redução da velocidade caracteriza o fornecimento de maior energia ao material, fazendo com que este seja aquecido, mais profundamente do que o desejado provocando, por exemplo, empenamento da peça, aumento da densidade e peça maior que desejado (acréscimo de material devido a penetração profunda do calor do laser). Inversamente, uma velocidade demasiadamente elevada impossibilita a fusão e aderência completa do pó a camada anterior, causando alterações nas propriedades mecânicas do objeto fabricado.

Outro parâmetro que afeta a sinterização do material é o espaçamento entre “passada por camadas” do feixe do laser. A correta sobreposição das passadas auxilia na fusão do material proporcionando uma união mais homogênea.

3.5 Patentes

A patente é um título de propriedade temporário outorgado pelo Estado, por força de lei, que confere ao seu titular, ou sucessores, o direito de impedir terceiros, sem o seu consentimento, de produzir, usar, colocar a venda, vender ou importar produto objeto de sua patente ou processo ou produto obtido diretamente por processo por ele patenteado. A concessão da patente é um ato administrativo declarativo, ao se reconhecer o direito do titular, e atributivo (constitutivo), sendo necessário o requerimento da patente e o seu trâmite junto à administração pública no Brasil, a patente é administrada pelo INPI - Instituto nacional da propriedade industrial.

3.5.1 Propriedade intelectual

A Propriedade Intelectual trata da propriedade dos bens imateriais ou incorpóreos resultantes da manifestação intelectual do ser humano.

A Propriedade Intelectual engloba o campo de Propriedade Industrial, os Direitos Autorais e outros Direitos sobre bens imateriais de vários gêneros, tais como os Direitos Conexos, e as Proteções *Sui Generis*.

3.5.1.1 Propriedade industrial

A Propriedade Industrial é o conjunto de direitos que compreende as patentes de invenção e de modelo de utilidade, os registros de desenho industrial, as marcas e as indicações geográficas, bem como a repressão da concorrência desleal. Esse ramo do Direito se refere às criações industriais, entendendo-as na sua mais ampla acepção, isto é, todas as criações que são aplicadas na indústria e no comércio, assim como, nas indústrias agrícolas e extrativas, e que se relacionam a produtos manufaturados ou naturais.

3.5.1.2 Direito Autoral

O Direito Autoral trata das obras intelectuais, redutíveis à noção de artístico ou literário, assim como aquelas de caráter puramente científico, qualquer que seja seu modo de expressão – *Lei nº 9.610, de 19 de fevereiro de 1998*.

Exemplos:

- Obras Literárias (livros, brochuras, folhetos, textos, contos, poesias, etc.);
- Obras Artísticas (composições, obras teatrais ou musicais, obras coreográficas e pantomímicas, artes plásticas, fotografias, artes cinematográficas, etc);
- Obras Científicas (projetos, cartas geográficas, programas de computador, etc);
- Conferências, alocações, sermões e outras obras de mesma natureza; e
- Adaptações, traduções e outras transformações de obras originais.

O objeto de proteção, pelo direito autoral, compreende:

- Código-fonte (forma original de escrita);
- Estrutura interna (natureza, conteúdo e relação/seqüência entre os diversos módulos);
- Material preparatório (anotações, fluxogramas, diagramas);
- Aparência externa (“*look and feel*” das telas e funções);
- Pasta de especificações (know-how de requisitos funcionais); e
- Manuais (textos, gráficos).

Deve-se mencionar que o INPI promove o registro de programas de computador, que é apresentado à Diretoria de Transferência de Tecnologia. O registro é utilizado como uma proteção jurídica, sendo uma forma de comprovar a paternidade da criação.

No registro deve constar o dado do autor e do titular, documentos que comprovem a vinculação (cessão/contrato de trabalho ou prestação de serviço),

trechos do programa (código fonte) e outros dados necessários à caracterização do mesmo.

3.5.1.3 Direitos conexos

Os Direitos Conexos são aqueles que protegem a pessoa jurídica ou física que contribui para tornar as obras autorais acessíveis ao público – estabelecido na “Convenção Internacional para Proteção aos Artistas Intérpretes ou Executantes, aos Produtores de Fonogramas e aos Organismos de Radiodifusão”, promulgada através do *Decreto nº 57.125*, de 19 de outubro de 1965, e o *Decreto nº 4.533*, de 19 de dezembro de 2002, que regulamenta o *art. 113 da Lei nº 9.610/98*, no que se refere aos fonogramas.

Exemplos:

Artistas intérpretes e executantes de obras artísticas; Fonogramas; Produtor de fonograma; Reprodução; Emissão de radiodifusão; e Retransmissão.

3.5.2 Características fundamentais das Patentes

3.5.2.1 Propriedade limitada temporalmente

Diferentemente de outros sistemas de propriedade, a validade limitada a um determinado período de tempo, permite que após o transcurso desse período a patente caia em domínio público, estando apta para ser usada por toda a sociedade, incentivando o inventor a prosseguir na pesquisa de aperfeiçoamentos, buscando evitar a superação por seus concorrentes.

3.5.2.2 Interesse público na divulgação da informação contida no pedido de patente.

O interesse público fica preservado na divulgação da informação, permitindo à sociedade o livre acesso ao conhecimento da matéria objeto da patente. Dessa forma, os concorrentes do inventor podem desenvolver suas pesquisas a partir de um estágio mais avançado do conhecimento, promovendo, assim, o desenvolvimento tecnológico do país.

3.5.3 Território de validade de uma Patente

A patente é válida apenas nos países onde foi requerida e concedida a sua proteção. Cada país é soberano para conceder ou não a patente independentemente da decisão em outros países sobre pedidos de patentes correspondentes (art. 4º bis da “Convenção da União de Paris para Proteção da Propriedade Industrial” – CUP, promulgada através dos decretos nº 75.572, de 8 de abril de 1975 e nº 635, de 21 de agosto de 1992).

3.5.4 Disposições gerais sobre Patentes

A Lei da Propriedade Industrial, através do art. 2º inciso I, prevê a concessão de patente de invenção e de modelo de utilidade.

A LPI estabelece ainda a concessão de certificado de adição de invenção, como um acessório da patente de invenção, e a concessão de registro de desenho industrial.

Ressalta-se que o desenho industrial não é protegido como patente, mas através de um registro, tendo condições, trâmites e exames distintos. As particularidades do desenho industrial não serão objetos do presente trabalho.

3.5.4.1 Patente de invenção

A legislação brasileira não define invenção, como também acontece na maioria das leis estrangeiras.

A invenção é a criação de algo até então inexistente, que resulta da capacidade intelectual do seu autor e que representa uma solução nova para um problema existente, visando um efeito técnico em uma determinada área tecnológica.

As invenções podem ser referentes a produtos industriais (compostos, composições, objetos, aparelhos, dispositivos, etc.) e a atividades industriais (processos, métodos, etc.).

3.5.4.2 Certificado de adição de invenção

O certificado de adição de invenção, um acessório da patente de invenção, protege um aperfeiçoamento ou desenvolvimento introduzido no objeto da invenção pleiteado em um pedido de patente (ou patente concedida, se for o caso), cuja matéria se inclua no mesmo conceito inventivo, mesmo que destituído de atividade inventiva diante do pedido de patente principal (ou da patente principal concedida). O certificado de adição tem a data final de vigência da patente principal, acompanhando-a para todos os efeitos legais.

3.5.4.3 Patente de modelo de utilidade

O modelo de utilidade consiste em um instrumento, utensílio e objeto de uso prático, ou parte deste, que apresente nova forma ou disposição que resulte em melhoria funcional no seu uso ou em sua fabricação. O modelo se refere a um objeto de corpo certo e determinado, não incluindo os sistemas, processos, procedimento ou métodos para obtenção de algum produto. A novidade de um modelo pode decorrer de

uma combinação ou na composição do conjunto de elementos conhecidos (kits, pré-moldados, etc.).

3.5.5 Requisitos de Patenteabilidade

Uma invenção é patenteável quando atende simultaneamente aos três requisitos básicos: novidade, atividade inventiva e aplicação industrial (art. 8º da LPI).

Um modelo de utilidade é patenteável quando o objeto de uso prático (ou parte deste) atende aos requisitos de novidade na nova forma ou disposição, aplicação industrial e envolve um ato inventivo, que resulte em melhoria funcional no seu uso ou na sua fabricação (art. 9º da LPI).

Para a melhor compreensão dos requisitos de patenteabilidade, é necessária a definição do que vem a ser o “estado da técnica”.

3.5.5.1 Estado da técnica

O estado da técnica é constituído por tudo aquilo tornado acessível ao público antes da data de depósito do pedido de patentes, por descrição escrita ou oral, por uso ou qualquer outro meio, no Brasil ou no exterior (art.11 §1º da LPI).

A data que delimitará o estado da técnica em relação ao pedido de patente é considerada, a princípio, como a data do depósito do mesmo. Entretanto, existem mecanismos que alteram essa delimitação: o período de graça e a prioridade.

3.5.5.2 Período de graça

O período de graça consiste na concessão de um prazo de 12 (doze) meses a partir da data de divulgação de uma invenção ou modelo de utilidade para o seu autor

depositar um pedido de patente (art. 12 da LPI). É necessário que a divulgação tenha sido promovida pelo inventor, pelo INPI (sem o consentimento do inventor) ou por terceiros, baseada em informações obtidas do inventor - diretamente ou em decorrência de atos por ele realizados. Portanto, esta divulgação não será considerada como estado da técnica para o pedido depositado.

3.5.6 Novidade

A invenção e o modelo de utilidade são considerados novos quando não compreendidos pelo estado da técnica, isto é, quando não são antecipados de forma integral por um único documento compreendido no estado da técnica (art.11 da LPI).

Para fins de aferição de novidade, o estado da técnica, é constituído ainda pelo conteúdo completo de outro pedido depositado no Brasil antes da data de depósito, ou da prioridade reivindicada, desde que venha a ser publicado, mesmo que subsequentemente (art.11, § 2º da LPI). Essa regra impede que sejam concedidas duas patentes iguais para titulares distintos; assim, protege-se o primeiro a depositar o pedido de patente. Para a apresentação de pedido dividido, vide o item “Divisão do Pedido de Patente” no Guia de Tramitação de um Pedido de Patente.

3.5.7 Atividade inventiva e ato inventivo

As invenções e os modelos de utilidade são considerados patenteáveis quando atendem também aos requisitos de atividade inventiva e ato inventivo, respectivamente (art. 13 e art. 14 da LPI).

Uma invenção apresenta atividade inventiva quando não decorre de maneira evidente ou óbvia do estado da técnica para um técnico no assunto (art.13 da LPI).

Assim, uma solução apresentada em uma invenção é inventiva se não for alcançada de maneira óbvia para um técnico no assunto, à época do depósito, com os recursos disponíveis no estado da técnica. Portanto, a invenção dotada de atividade

inventiva deve representar algo mais do que o resultado de uma mera combinação de características conhecidas ou da simples aplicação de conhecimentos usuais para um técnico no assunto.

O modelo de utilidade apresenta ato inventivo quando, para um técnico no assunto, a matéria objeto da proteção não decorre de maneira comum ou vulgar do estado da técnica (art.14 da LPI). Nos modelos de utilidade dotada de ato inventivo se aceita combinações óbvias, ou simples combinações de características do estado da técnica, bem como efeitos técnicos previsíveis, desde que o objeto a ser patenteável apresente nova forma ou disposição que resulte em melhoria funcional no seu uso ou na sua fabricação.

3.5.8 Aplicação industrial

Uma invenção e um modelo de utilidade são considerados suscetíveis de aplicação industrial quando puderem ser produzidos ou utilizados em qualquer tipo de indústria, aplicando-se também às indústrias agrícolas e extrativas (art.15 da LPI).

3.5.9 Condições de Patenteabilidade

Além dos requisitos necessários à concessão de patentes, a LPI descreve certas condições que devem ser observadas em relação aos pedidos de patente: a suficiência descritiva, a unidade do pedido de patente, bem como a clareza e precisão das reivindicações, ou seja, da matéria objeto da proteção.

3.5.10 Suficiência descritiva

Uma das condições essenciais para a concessão de um pedido de patente de invenção ou modelo de utilidade é que o objeto de patente esteja suficientemente

descrito, de modo a permitir sua reprodução por um técnico no assunto, devendo indicar, quando for o caso, a melhor forma de execução (art.24 da LPI).

3.5.11 Unidade do pedido de patente

O pedido de patente de invenção terá de se referir a uma única invenção ou a um grupo de invenções inter-relacionadas de maneira a compreenderem um único conceito inventivo (art.22 da LPI).

O pedido de patente de modelo de utilidade terá de se referir a um único modelo principal, que poderá incluir uma pluralidade de elementos distintos, desde que mantida a unidade técnico funcional e corporal do objeto (art. 23 da LPI). Portanto, haverá unidade do modelo em relação a:

- a) Elementos complementares de uso opcional;
- b)Variação de forma ou detalhes relacionados a alguns de seus elementos componentes;
- c) Estruturas planificadas relativas a objetos tridimensionais, desde que não sejam alteradas ou modificadas as condições de utilização e funcionamento do objeto, segundo sua concepção original.

O pedido de patente pode ser dividido em dois ou mais, de ofício ou a requerimento do depositante, até o final do exame, desde que faça referência específica ao pedido original e não exceda à matéria revelada constante do pedido original (art.26). Os pedidos divididos terão a data de depósito do pedido original e o benefício de prioridade deste, se for o caso, e estarão sujeitos a pagamento das retribuições correspondentes (art.27 e art.28 da LPI, respectivamente).

Para os pedidos de patente em biotecnologia, vide o item “disposições específicas da área de biotecnologia”.

Para a apresentação de pedido dividido, vide o item “Divisão do Pedido de Patente” no “Guia de Tramitação de um Pedido de Patente”.

3.5.12 Clareza e precisão das reivindicações

Uma outra condição essencial para a concessão de um pedido de patente de invenção ou de modelo de utilidade é que as reivindicações, fundamentadas no relatório descritivo, deverão definir, de modo claro e preciso, a matéria objeto da proteção (art.25 da LPI).

3.5.13 Relatório descritivo

O relatório descritivo de uma patente ou certificado de adição deve descrever a invenção ou o modelo de utilidade de forma clara e precisa, de modo a permitir que um técnico no assunto possa reproduzi-lo e indicar, quando for o caso, a melhor forma de execução (art.24 da LPI). O relatório descritivo deve apontar o problema existente no estado da técnica e a solução proposta, especificando o setor técnico a que se destina.

Além disso, o relatório deve ressaltar nitidamente a novidade, o efeito técnico alcançado (no caso de invenção) e as vantagens em relação ao estado da técnica. A invenção e o modelo de utilidade devem ser descritos de forma a permitir que um técnico no assunto possa reproduzi-los.

O relatório descritivo de patente de modelo de utilidade deverá evidenciar a condição de melhor utilização do objeto ou parte deste, resultante da nova forma e disposição introduzida, evidenciando a melhoria funcional alcançada.

3.5.14 Reivindicações

A redação das reivindicações é da maior importância na elaboração de um pedido de patente. A extensão da proteção conferida pela patente é determinada pelo conteúdo das reivindicações, interpretado com base no relatório descritivo e nos desenhos, ou seja, as reivindicações definem e delimitam os direitos do autor do

pedido (art.41 da LPI). Desta maneira, as reivindicações devem ser fundamentadas no relatório descritivo, caracterizando as particularidades do pedido, e definindo de forma clara e precisa a matéria objeto da proteção, evitando expressões que acarretem em indefinições (art.25 da LPI).

3.5.15 Desenhos

As figuras e os desenhos – tais como gráficos, esquemas, fluxogramas, diagramas, etc. fornecem informações adicionais que auxiliam na compreensão da invenção, quando necessário.

As figuras devem estar relacionadas no relatório descritivo, especificadas suas representações gráficas (vistas, cortes...), e conter os sinais de referência constantes do relatório descritivo, observado o uso dos mesmos sinais de referência para identificar determinada característica em todos os desenhos, sempre que essa apareça.

Não deverão conter textos explicativos, exceto quando absolutamente indispensáveis ao entendimento do invento ou modelo. Neste caso, as palavras deverão estar em português e não devem interferir com as linhas dos desenhos.

No pedido de patente de modelo de utilidade é imprescindível folha(s) de desenho(s), uma vez que a leitura do quadro reivindicatório é sempre associada a ele(s), tendo em vista que as patentes de modelo de utilidade referem-se especificamente a objetos tridimensionais.

3.5.16 Resumo

O resumo deve ser uma descrição sucinta da matéria exposta no pedido, ressaltando de forma clara o invento pleiteado. O resumo deve ser conciso compreendendo de 50 a 200 palavras, não excedendo 20 linhas de texto, e não deve fazer menção ao mérito ou valor da invenção ou modelo.

4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

A figura 7 apresenta as principais etapas experimentais realizadas nesse trabalho.

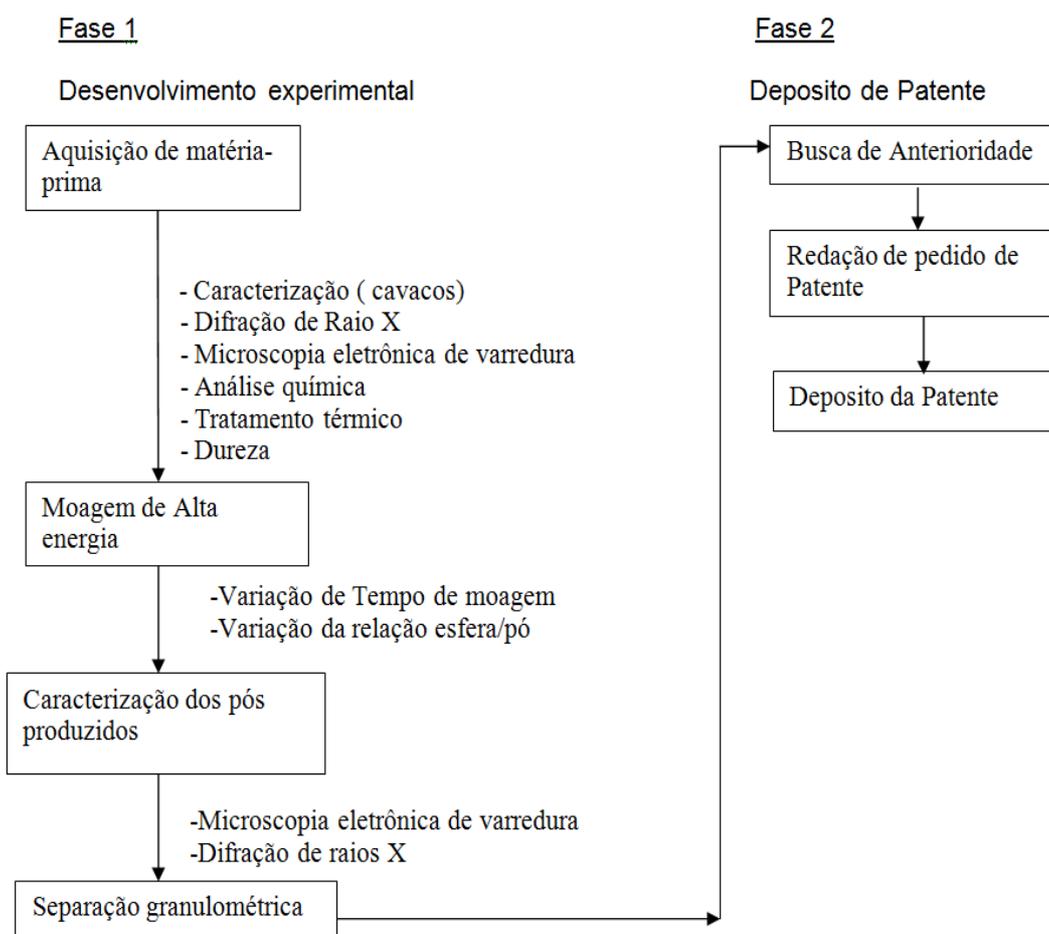


Figura 7 - Fluxograma de atividades realizadas nesse trabalho.

4.1 Materiais

A matéria-prima utilizada neste trabalho foi uma liga á base de Co-Cr-Mo, cuja composição química é apresentada na Tabela 5. A análise química de liga foi realizada pelo próprio fabricante.

Tabela 5 – Composição de liga de Co–Cr–Mo desenvolvida neste trabalho

Componente	Liga para próteses Dentárias metalocerâmicas
	% em peso
Cr	21-24
Mo	6
W	6
Si	Traços
Fe	Traços
Mn	Traços
Co	64

Esta liga metálica foi obtida por fundição realizada na empresa AÇOTÉCNICA (Jundiaí – SP). A liga de dimensões aproximadas de 100mm Ø x 500 mm de comprimento, foi recebida com superfície isenta de impureza ou imperfeições foi submetida a torneamento, o torneamento foi realizado nos laboratórios da USP-EEL, utilizando torno ROMI-ID20, com ferramentas de usinagem á base de metal duro; (WC-Co); aplicando-se velocidade de avanço 630 rpm e avanço de 0,20mm e profundidade de corte de 1,0mm gerando-se cavacos metálicos.

Os lingotes adquiridos já na composição final especificada e devidamente limpos e isento de impurezas superficiais, foram usinados obtendo-se cavacos nobres desse material, os quais foram limpos por decapagem química eliminando os fluidos de corte ou quaisquer impurezas geradas no processo de usinagem.

Devido às características frágeis do cavaco de Co-Cr-Mo formado durante a usinagem, eles se tornam matéria-prima ideal para o processo de moagem pretendido, aumentando a eficiência e reduzindo o tamanho final das partículas moídas, em curto intervalo de tempo.

4.2 Caracterização das matérias-primas

4.2.1 Difração de raios X (DRX)

As matérias-primas, chamadas neste trabalho de cavacos metálicos, foram caracterizadas, por difratometria de raios X (SHIMADZU XRD6100), utilizando radiação Cu-K α , com filtro de Ni, tensão de 40 kV, corrente de 30 mA, varredura entre 10° e 80°, e aplicando-se passo angular de 0,05° com 2 s de contagem por ponto. Os picos cristalinos presentes nos cavacos foram comparados com microfichas do arquivo atualizado do padrão cristalográfico JCPDS [JCPDS 2010].

A partir das análises obtidas por difratometria de raios X foi possível extrair os tamanhos de cristalitos, os parâmetros de rede e os níveis de deformação referentes aos pós de partida. Essas informações foram determinadas utilizando o software livre *PowderCell* [KRAUS et al., 1996] usando as informações cristalográficas compiladas por [PEARSON e CALVERT 1991], pelo método de refinamento de estruturas cristalinas de Rietveld [RIETVELD, 1969].

$$G = \frac{0.9\lambda}{B(2\theta)\cos(\theta)} \quad (1)$$

onde G = tamanho cristalito (Å);

λ = comprimento de onda do raios-X utilizado pelo difratômetro (Å);

B(2 θ) = largura à meia altura extraída do pico no difratograma (radianos);

cos(θ) = cosseno do ângulo do pi calculado.

Os cálculos de tamanhos de cristalitos dos metais puros, e após moagem desse mesmo pós, nas diferentes condições de moagem estudadas extraíndo dados pelo software *Microcal Origin*, através da equação de Scherrer (1), que é a mesma equação utilizada pelo programa.

Nesses cálculos, foi levada também em consideração a contribuição instrumental do equipamento através da equação (2):

$$[B(2\theta)_{\text{Total}}]^2 = [B(2\theta)_{\text{amostra}}]^2 + [B(2\theta)_{\text{instrumental}}]^2 \quad (2)$$

onde $(B(2\theta)_{\text{total}})$ = largura à meia altura encontrada no difratograma (radianos); $(B(2\theta)_{\text{amostra}})$ = largura à meia altura real da amostra a ser utilizada na equação de Scherrer (radianos); $(B(2\theta)_{\text{instrumental}})$ = largura à meia altura provida da interferência do instrumento (no caso: 0,0026 radianos).

4.2.2 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Os pós de partida foram observados quanto à morfologia das partículas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em microscópio eletrônico HITACHI TM 3000. Foi utilizado feixe de elétrons retro espalhados, que permite verificar, por diferença de contraste, as fases e as formas das partículas.

4.3 Moagem de alta energia

Os cavacos de Co-Cr-Mo foram moídos em moinho/misturador de alta energia, modelo Fritsch Pulverisette P-5 utilizando os seguintes parâmetros de processo:

- 02 vasos de carbetto de tungstênio-cobalto, WC-Co (225 ml) e esferas também desse material, com 10 mm de diâmetro.
- Velocidade de rotação de 200 rpm
- Relação de massas de esferas para massa de pó de 4:1, 6:1 e 8:1 e 10:1.

Jarros e esferas de moagem de WC-Co foram utilizados devido à alta dureza e resistência ao desgaste desses materiais. Essas propriedades reduzem a possibilidade de contaminação dos pós-estudados, a qual poderia alterar as propriedades pretendidas os produtos finais.

O uso de diferentes relações em massa esferas-pó de moagem (*balls to powder ratio*, ou BPR) visa o estudo dessa relação na eficiência do processo de moagem.

Os cavacos em diferentes relações mássicas foram inseridos no recipiente de moagem e devidamente acondicionados em uma *glove-Box* sob a presença de atmosfera inerte de argônio. O manuseio desse material dentro da *glove-Box* permite a preparação dos pós-moídos com reduzida quantidade de impurezas superficiais. Para este trabalho foi utilizado o procedimento de curtos descansos a cada 15 minutos de moagem com subsequente inversão no sentido da rotação do moinho. Este procedimento visa ainda uma melhor homogeneização das amostras, dificultando a possibilidade da criação de “rotas” para as esferas, o que localizaria os choques apenas em algumas regiões do material.

4.3.1 Caracterização das partículas por difração de raios X, Microscopia (MEV).

4.3.1.1 Análise por difratometria de Raios X (DRX)

As amostras moídas em diferentes tempos e diferentes relações esferas-pó de moagem, foram submetidas à análise por difratometria de raios x conforme procedimento descrito anteriormente.

Os percentuais de fases cristalinas e os parâmetros estruturais (tamanho de cristalito e parâmetros de rede), foram analisados em função do tempo de moagem e da relação esferas-pó de moagem utilizada.

4.3.1.2 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As partículas moídas em diferentes condições foram analisadas por MEV. As partículas foram depositadas sobre fita de carbono e acondicionadas em suporte.

Após realização de vácuo, as partículas foram observadas, em microscópio eletrônico de varredura modelo HITACHI TM3000, em diferentes ampliações.

4.3.1.3 Tratamentos térmicos – testes preliminares

Os pós com relação 6:1 moídos por 60 minutos foram tratados termicamente em forno tubular MAITEC-F1150C com atmosfera de argônio, por 120min, visando, a partir de difusão superficial, atingir níveis interessantes de esferoidização.

Os resultados da caracterização morfológica são apresentados na figura 8 1000°C – 120 min.

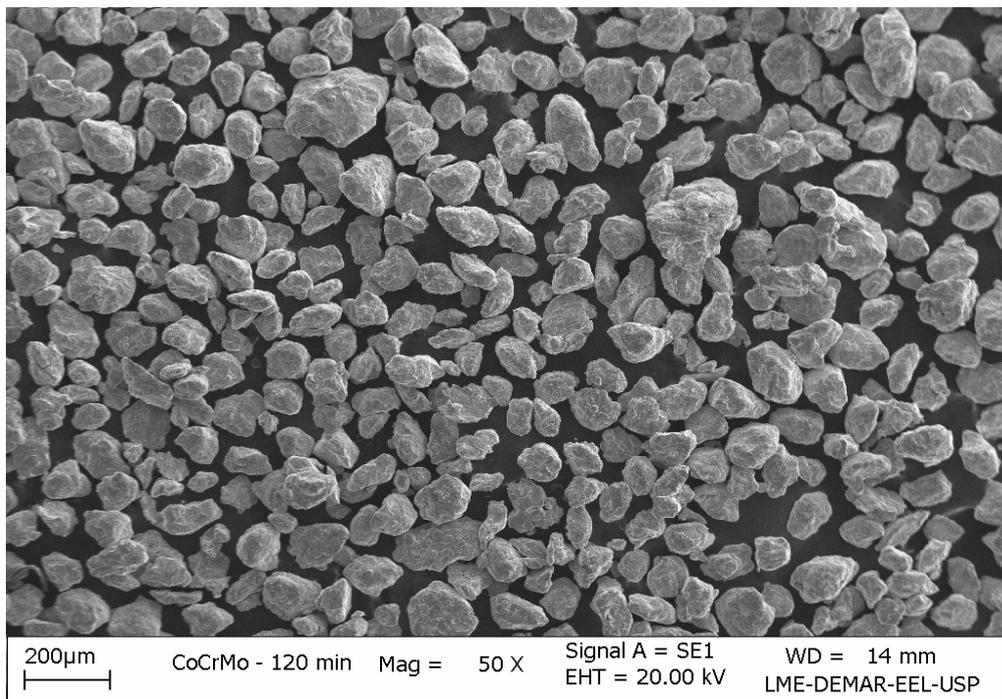
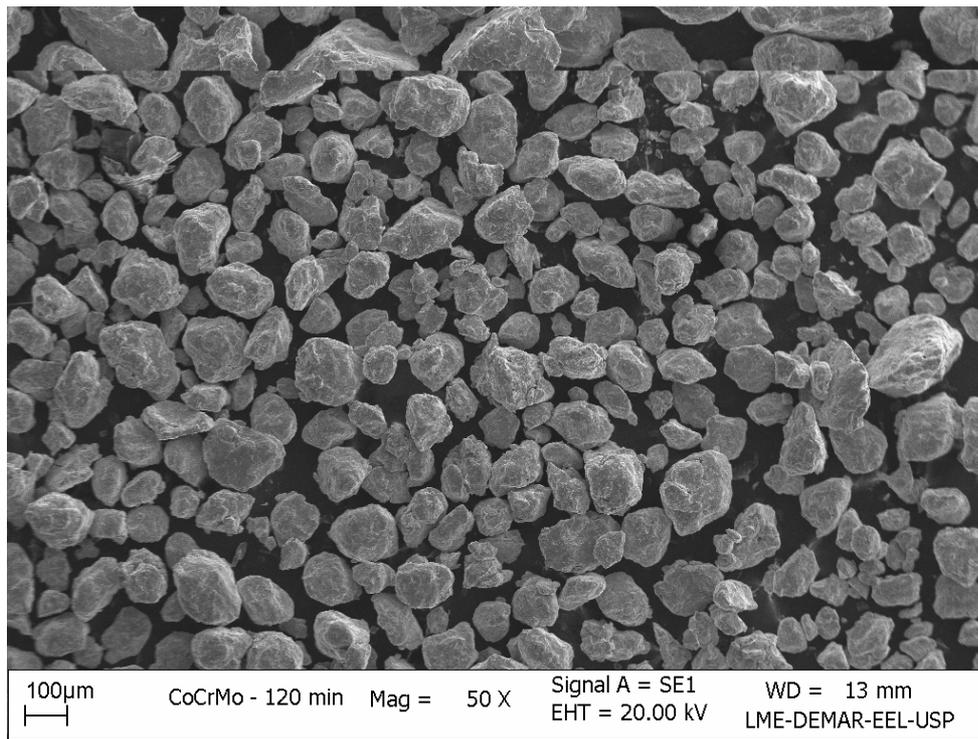


Figura 8 – Pós com relação esfera / pó de 6:1, submetidos a tratamento térmico a 1000°C – 120min de Co – Cr – Mo obtidos por 60 min.

4.3.1.4 Sinterização a laser – testes preliminares

Na sinterização dos pós, utilizamos o equipamento EOSINT M280-EOS, figura 9 com a utilização dos parâmetros internos disponíveis no equipamento.



Figura 9 – Sinterizador a laser utilizado neste experimento

As amostras sinterizadas foram caracterizadas de acordo com sua densidade relativa utilizando-se do Princípio de Arquimedes. As amostras foram lixadas e polidas e então avaliadas pelo SEM. Testes de micro durezas foram realizadas para identificar a dureza das ligas sinterizadas. Para isso foi utilizado o medidor de durezas Time-Group-China com cargas de 100gF a 1000gF 15s.

4.3.1.5 Características dos produtos sinterizados

A figura 10 mostra a representação da prótese dentária sinterizadas a laser, a figura 11 mostra a micrografia para a seção transversal da prótese sinterizada.

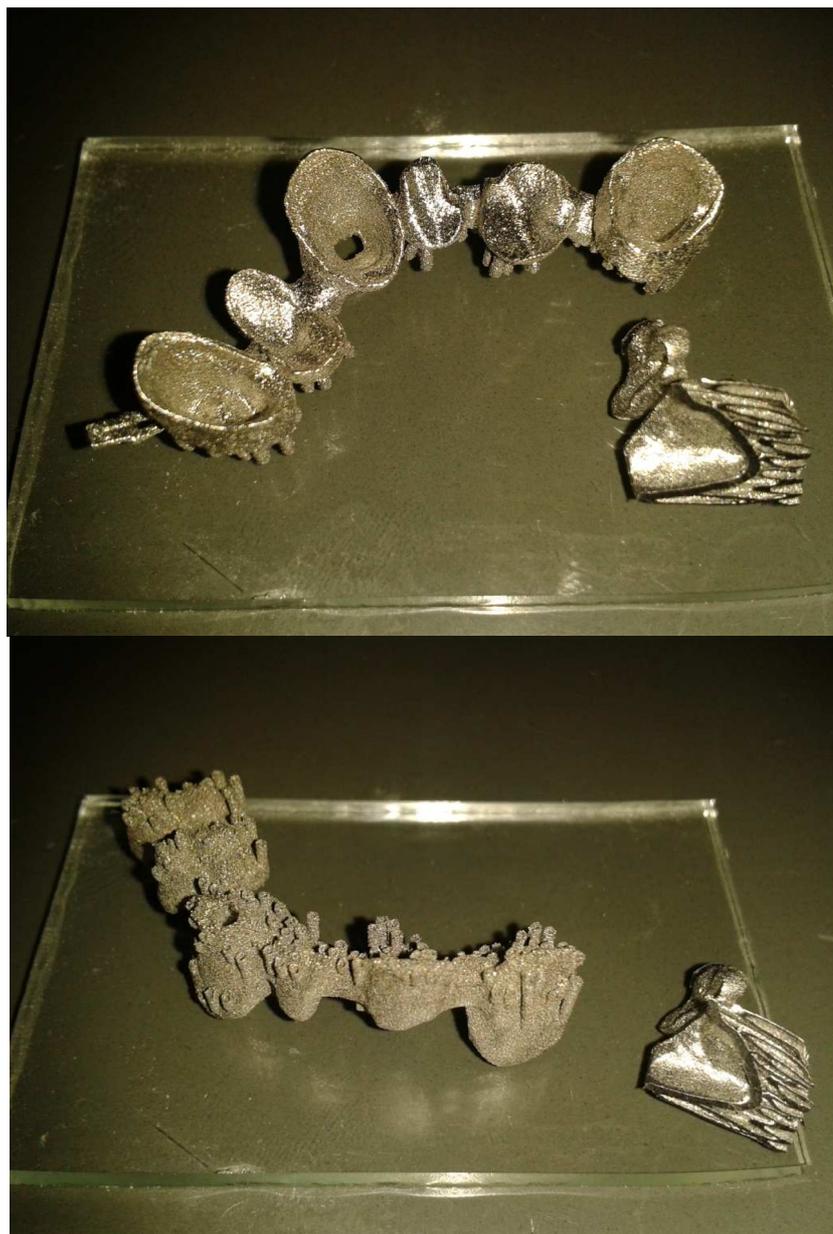


Figura 10 – Unidade de Dentadura e Prótese de Fixação, 6 elementos obtidos do protótipo na seleção da sinterização a laser.

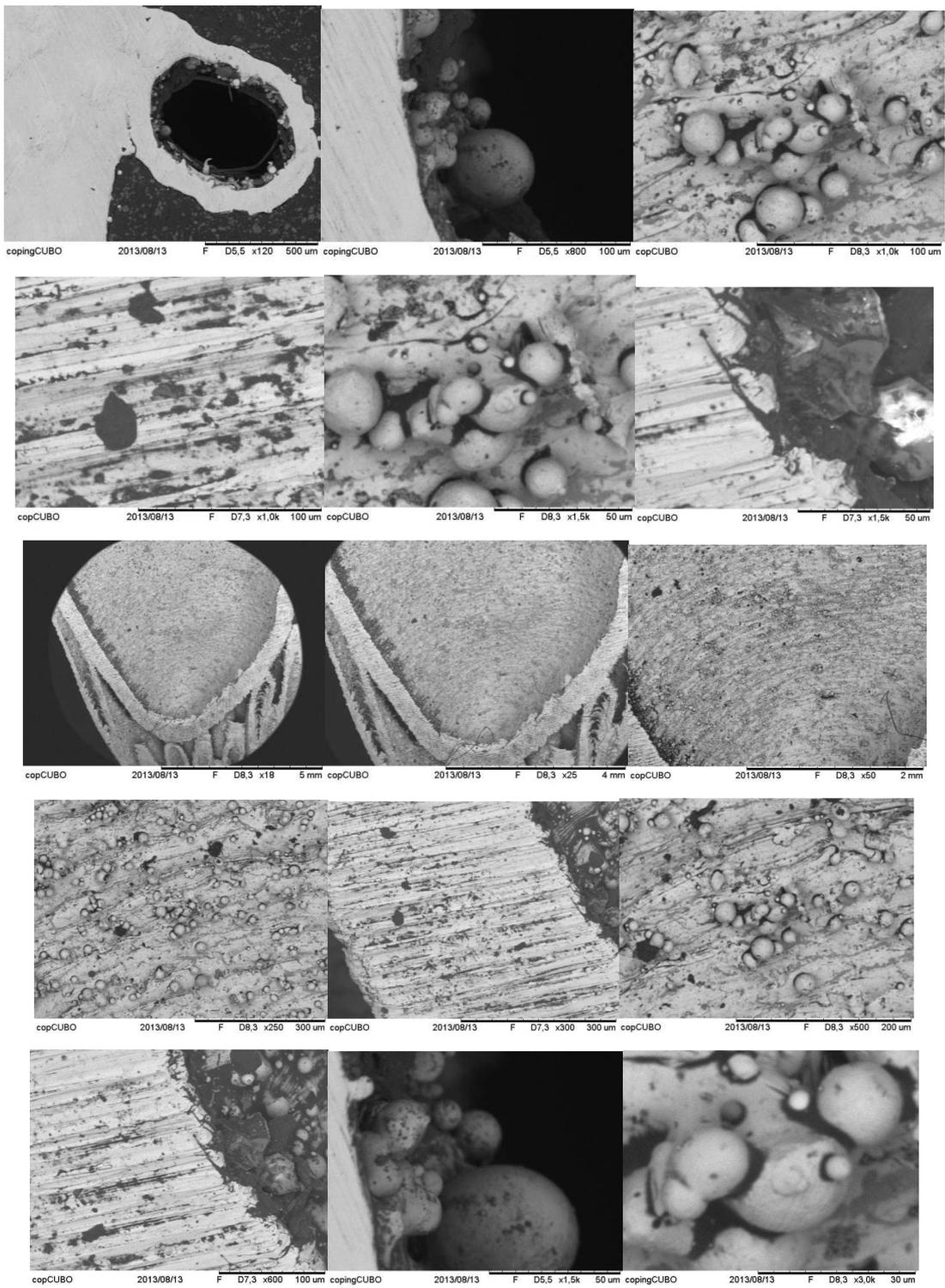


Figura 11 – Detalhes das amostras sinterizadas das próteses.

A figura 12 mostra difratograma de raios-x das amostras sinterizadas a laser dos pós, e na Tabela 6 - Apresenta os resultados da densidade relativa e a dureza Vickers das amostras sinterizadas.

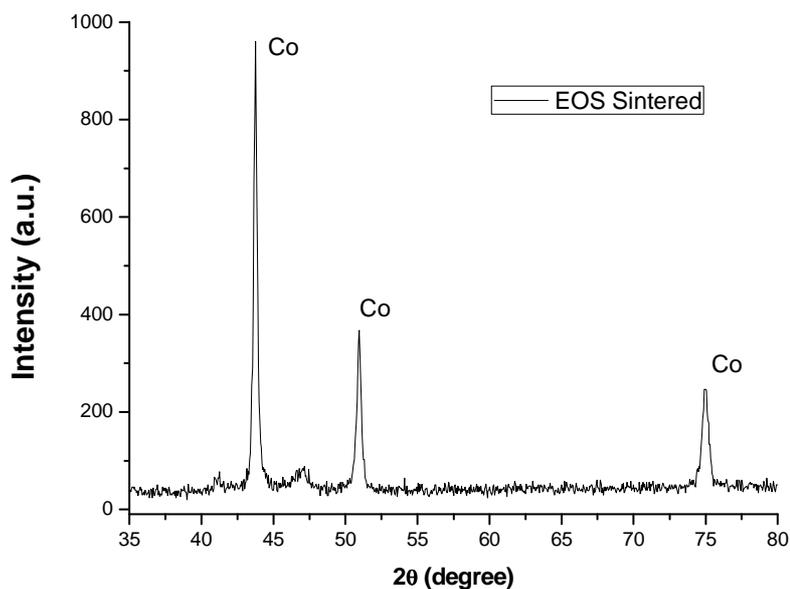
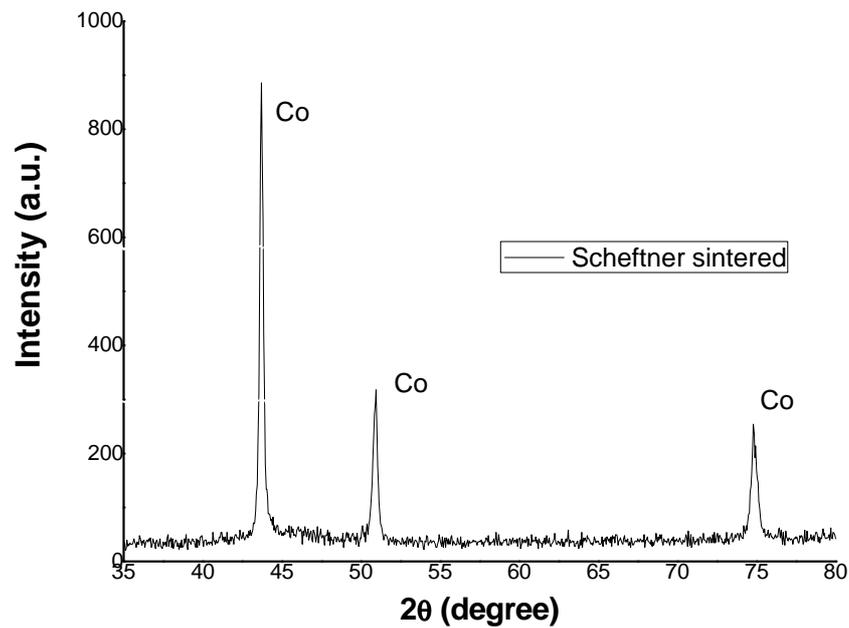


Figura 12 – Padrões encontrados de XRD nas amostras sinterizadas de Co-Cr-Mo 1000°C a 120 min em sinterização a laser.

Da análise morfológica foi observado que as partículas superficiais sofrem apenas umas difusões superficiais, que pode ser observada pela presença de partículas parcialmente fundidas sobre estas superfícies. Este comportamento foi

observado nos dois matérias, que possuem as mesmas características cristalinas, baseada no Cobalto.

Com características químicas e densidades relativas próximas e similares na fase cristalina, os valores da dureza Vicker estão dentro da faixa proposta pela o trabalho 340 a 380 HV e sofrem pouca modificação com a carga utilizada.

Tabela 6. Densidade Relativa e dureza Vickers das amostras sinterizadas.

Propriedades	
Densidade Relativa (%)	93.8±0.5
Dureza Vickers HV _{100gF}	352.5±21.4
Dureza Vickers HV _{1000gF}	377.6±18.7

Comparando com o valor médio de dureza da liga 66Co-28Cr-6Mo comercial que é, aproximadamente 436,72±17,282 HV. A dureza a temperatura ambiente do cobalto está entre 140 e 250HV, então, os valores encontrados para a liga 66Co-28Cr-6Mo comercial são elevados comparados ao cobalto puro. Pela norma ASTM F1537 os componentes forjados, quando ensaiados de acordo com a norma ASTM E18, devem apresentar uma dureza mínima de 35HRC (350HV), o nosso material atinge a faixa de 352.5±21.4 á 377.6±18.7 HV [SANTOS, LUIZ ALBERTO, 2011].

4.4 Elaboração de patente

A edição de patente se buscou nos procedimentos indicados pelo INPI, buscando-se no seguinte roteiro:

- Descrição do resumo
- Descrição detalhada da invenção
- Detalhamento das reivindicações
- Detalhamento dos anexos.

Em face da possibilidade de conflito, uma busca de anterioridade foi realizada buscando as palavras chaves de interesse.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados apresentados a seguir se baseiam na intervenção necessária para obtenção de pós com características para o processo de sinterização a laser.

5.1 Caracterização dos cavacos

A figura 13 apresenta as micrografias representativas dos aspectos morfológicos dos cavacos obtidos após torneamento.

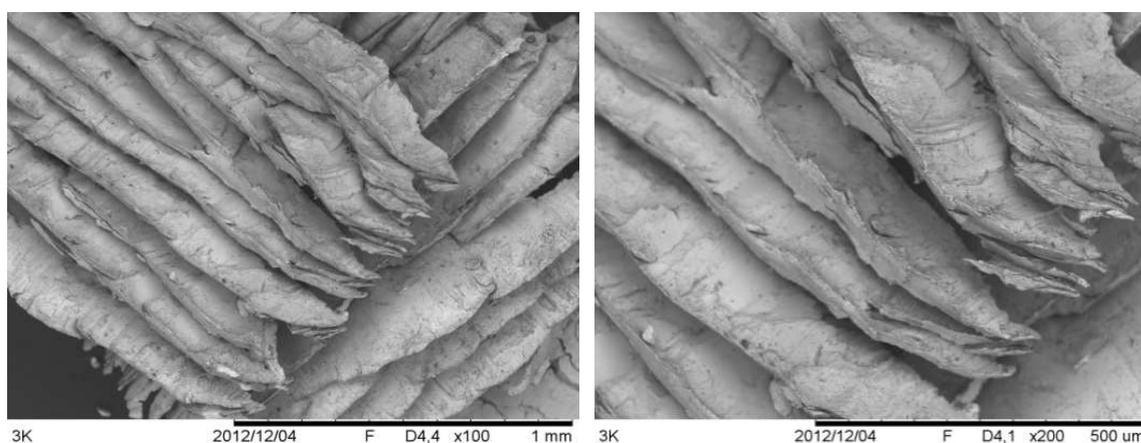


Figura 13 – Morfologia dos cavacos de Co – Cr – Mo usinados por torneamento.

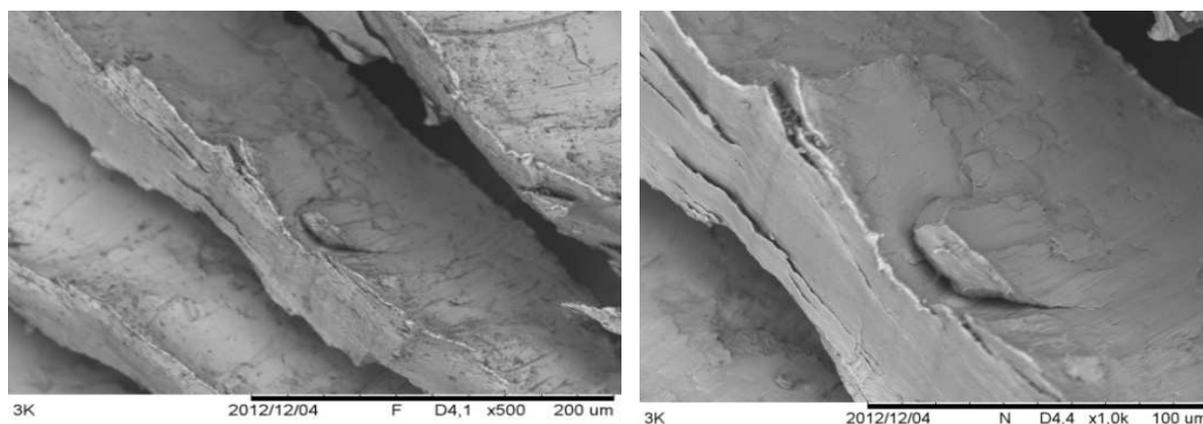


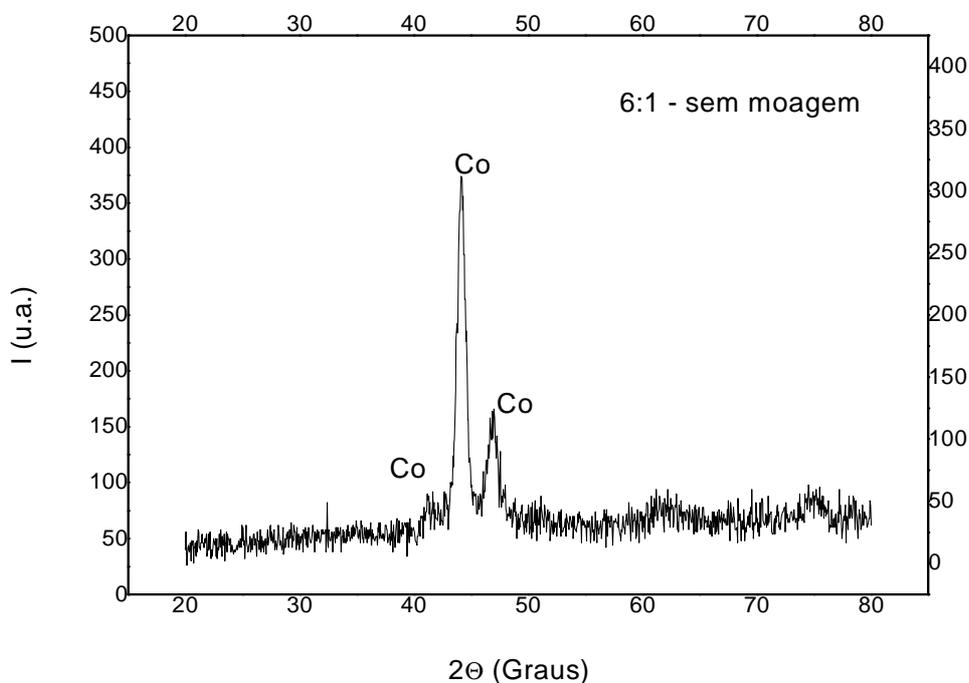
Figura 13 – Morfologia dos cavacos de Co – Cr – Mo usinados por torneamento.

Bandas de deformação plásticas são observadas nos cavacos de Co–Cr–Mo usinados. O aspecto visual indica que apesar das bandas observadas, o material sujeito a deformação por impacto são menos dúcteis de que materiais como aço baixo

carbono e / ou alumínio. De fato baseando-se na literatura, este tipo de metal apresenta dureza de ordem de 350HV, com alongamento entre 10 e 14%.

Comparativamente com o aço e alumínio, que apresentam alongamento percentual da ordem de 20 a 30% e 35% respectivamente, este material apresenta limitações a deformação plásticas o que deve ser um facilitador para o processo de cominuição por moagem.

A figura 14 apresenta difratograma de raios-x destes cavacos obtidos por usinagem.



Figuras 14 - Difratograma de raios X dos cavacos da liga Co-Cr-Mo-W.

O espectro apresentado, indica a presença de pico cristalino do cobalto, como única fase cristalina no material.

Ligas de Co-Cr-Mo possuem similaridade estrutural na região dos diagramas de fase Cr-Co, Co-Mo, Cr-Co-Mo ricas em Co. Assim, a fase ϵ -Co é a majoritária, e a presença de Cr e Mo em solução sólida fica evidenciada pela presença apenas de picos cristalinos de ϵ -Co.

5.2 Efeito do tempo de moagem

A figura 15 apresenta os difratogramas de raios-x dos pós de partida e dos moídos em diferentes tempos.

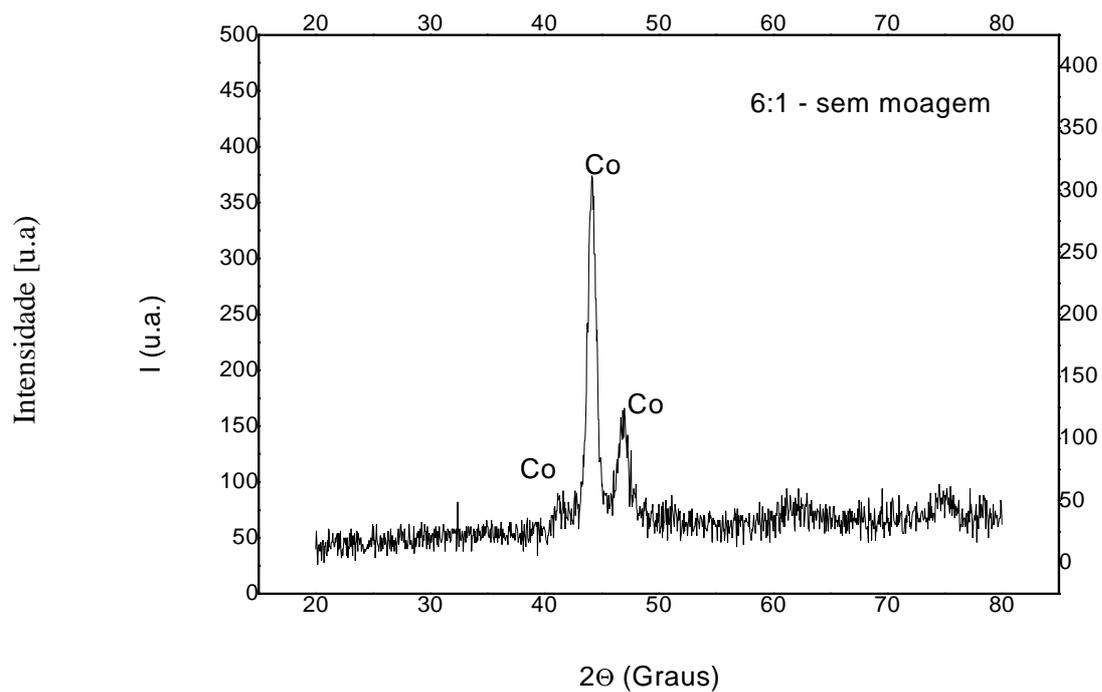


Figura 15 – Difratogramas de raios-x dos pós de Co-Cr-Mo, em forma de cavaco.

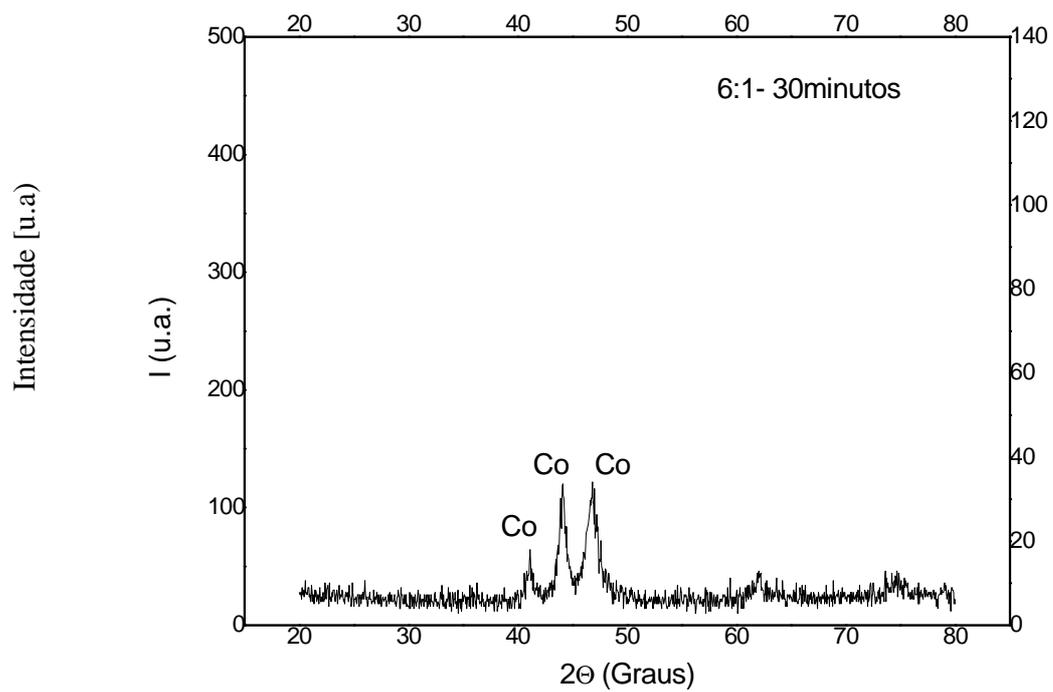


Figura 16 – Difratomogramas de raios-X dos pós de Co-Cr-Mo moídos em diferentes tempos 30 min.

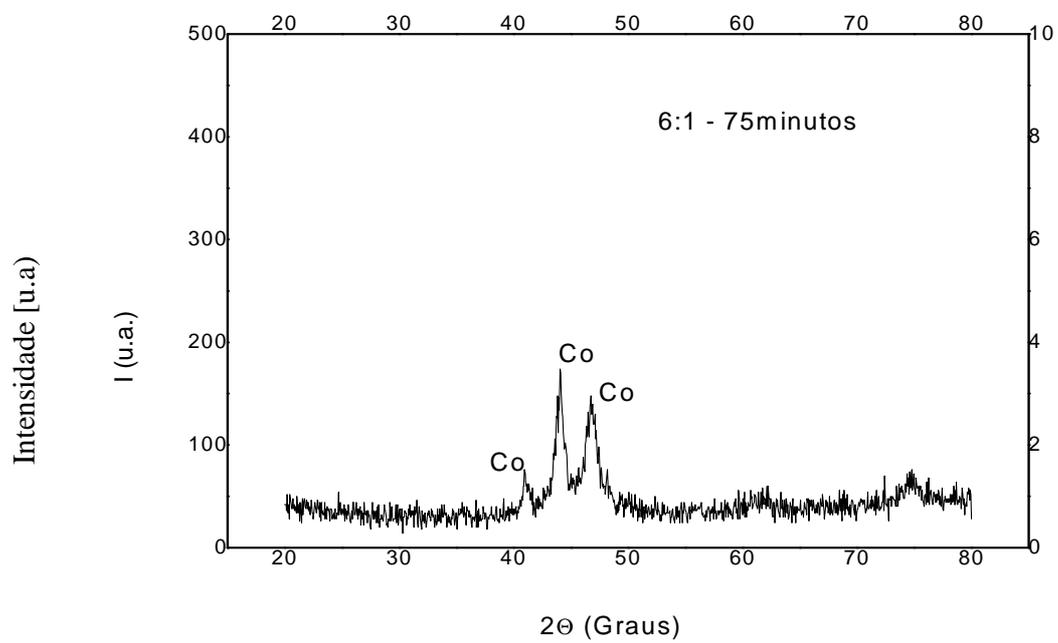


Figura 17 – Difratomogramas de raios-X dos pós de Co-Cr-Mo moídos em 75 min.

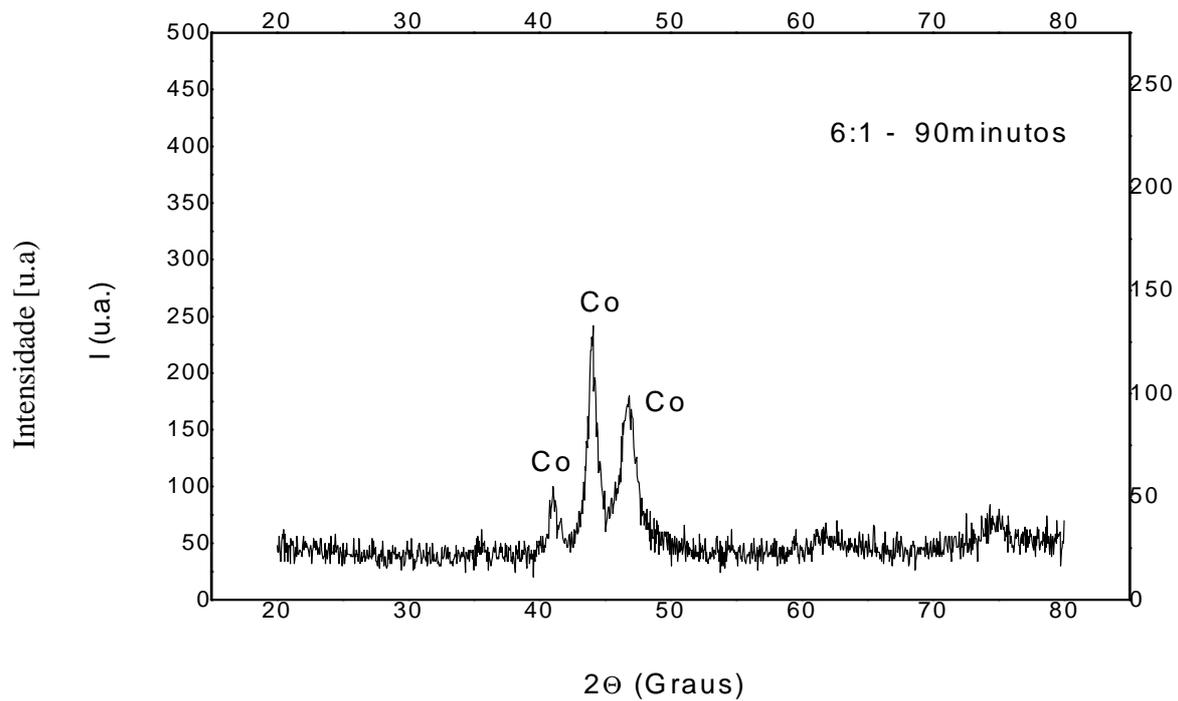


Figura 18 – Difratoformas de raios-X dos pós de Co-Cr-Mo moídos em 90 min.

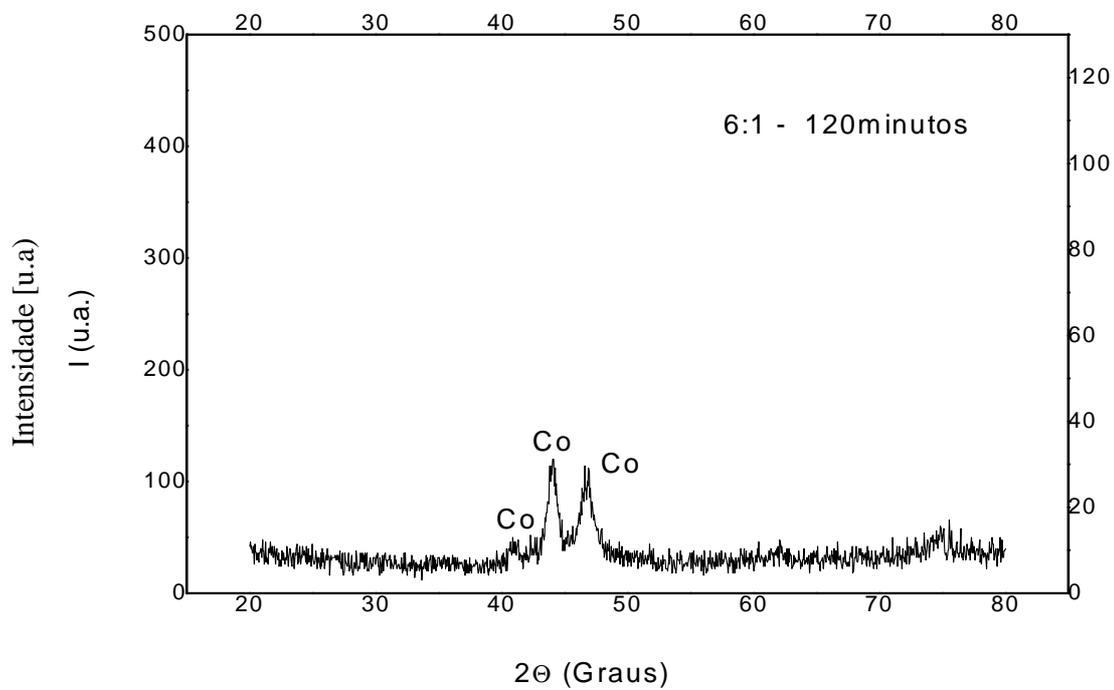


Figura 19 – Difratoformas de raios-X dos pós de Co-Cr-Mo moídos em 120 min.

Todos os difratogramas indicam a presença de ϵ -Co. Os aspectos dos difratogramas indicam uma redução contínua, na intensidade dos picos de Co, em função do aumento do tempo de moagem. Este comportamento indica que há fragmentação severa dos pós e se baseia consideração de que esta liga metálica apresenta níveis de fragilidade consideráveis.

O cálculo do tamanho do cristalito em função do tempo, é apresentado na figura 20 e corrobora com esta informação. Em 120 minutos de moagem, o tamanho do cristalito de um cavaco 13nm reduziu para 6nm cerca de 50%, após 120 minutos.

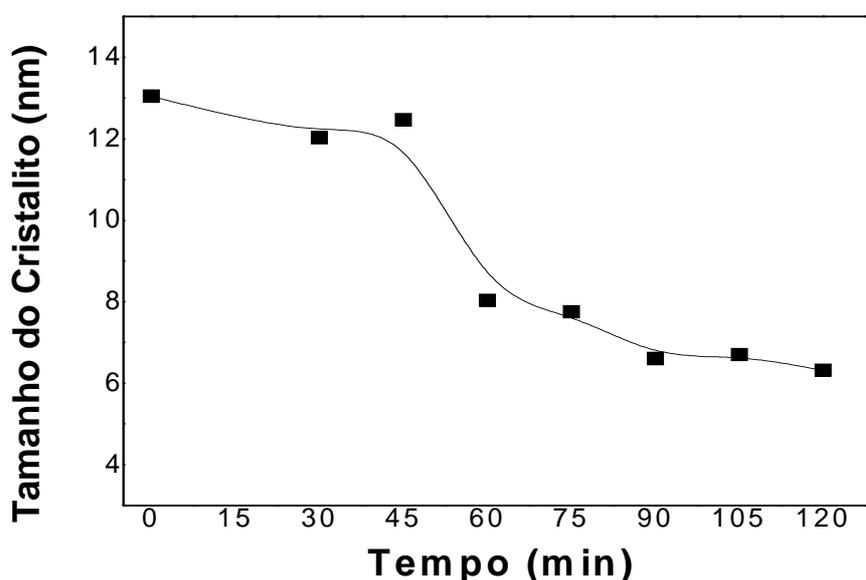


Figura 20 - Tamanho de cristalito em função do tempo de moagem utilizado.

A figura 21 apresenta os resultados de micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura, indicando os aspectos morfológicos das partículas, em função do tempo de moagem utilizado neste estudo. Observa-se significativamente diferença entre o cavaco original (sem moagem) e os aglomerados moídos formados após 120 minutos. A tendência da aglomeração das nanopartículas é verificada em todas as condições de moagem, sendo que o fenômeno se torna mais pronunciado quando há alterações na relação de esfera / massa de pó.

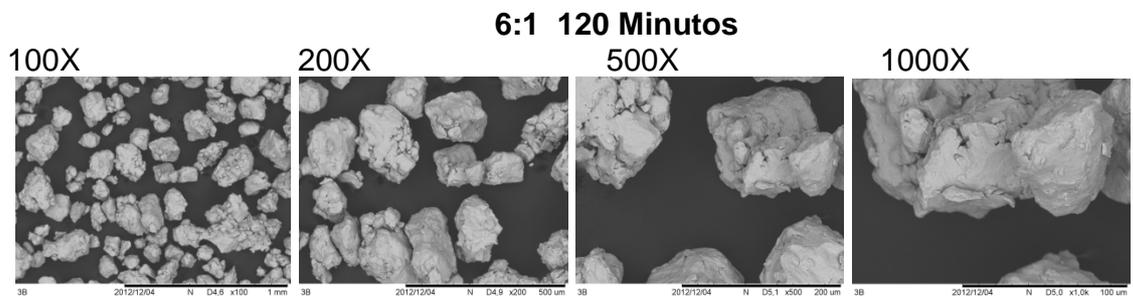
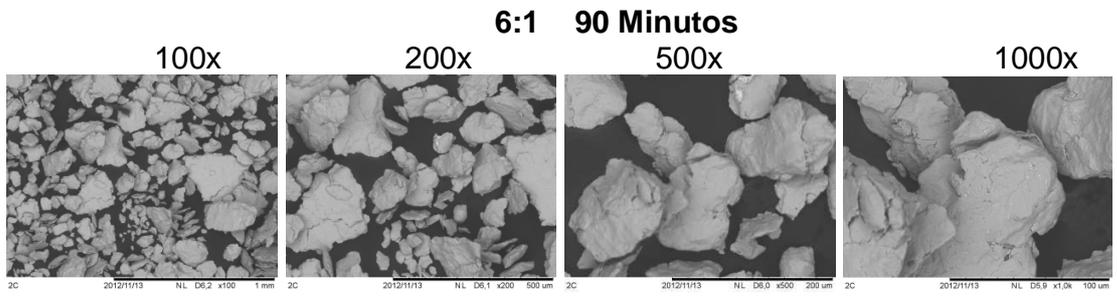
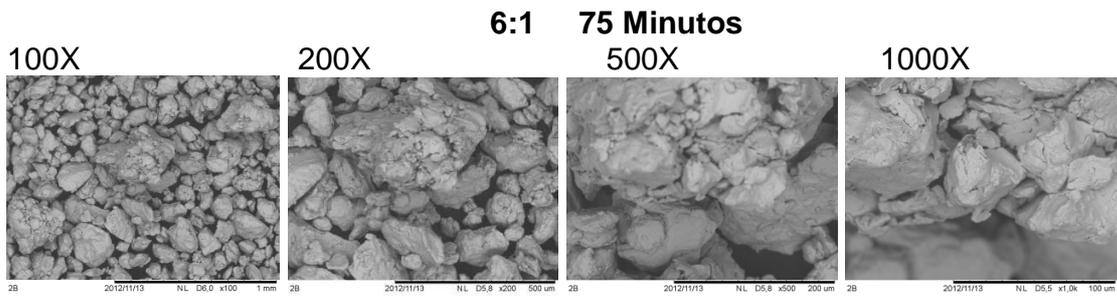
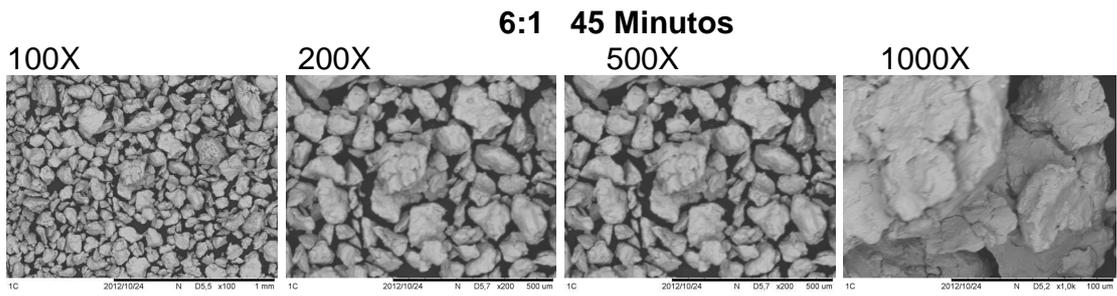
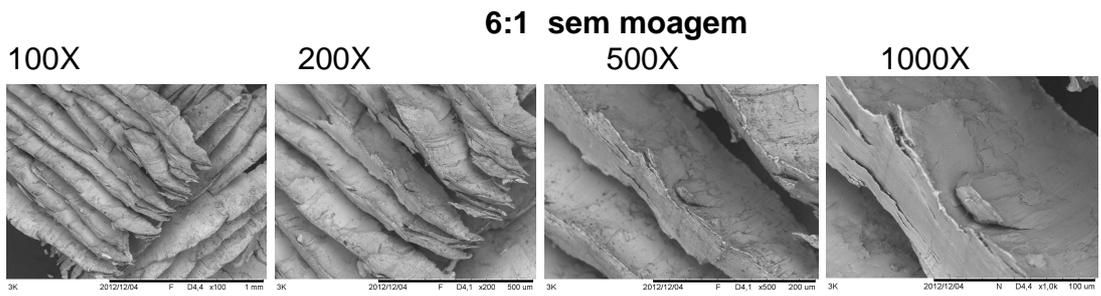


Figura 21 - Morfologia dos pós obtidos por microscopia eletrônica de varredura em diferentes tempos de moagem.

5.3 Efeito da variação de relação entre massa de pó e massa de esferas

As figuras 22 apresentam micrografias representativas de pós moídos em diferentes relações de esferas / massa, com tempo de moagem fixo em 60 minutos.

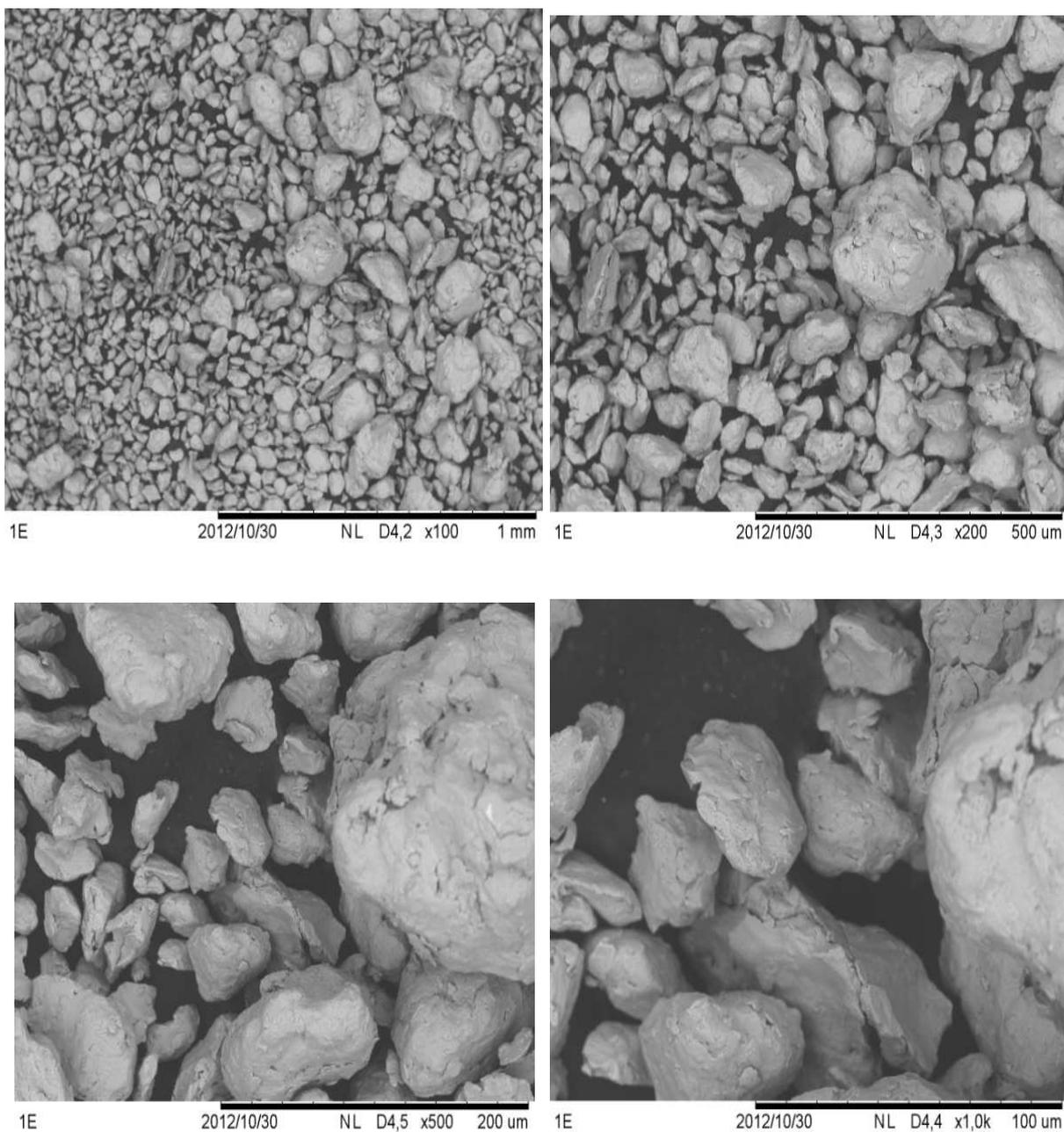
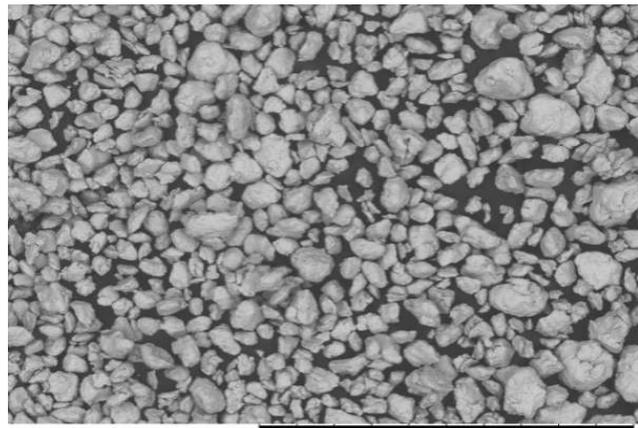
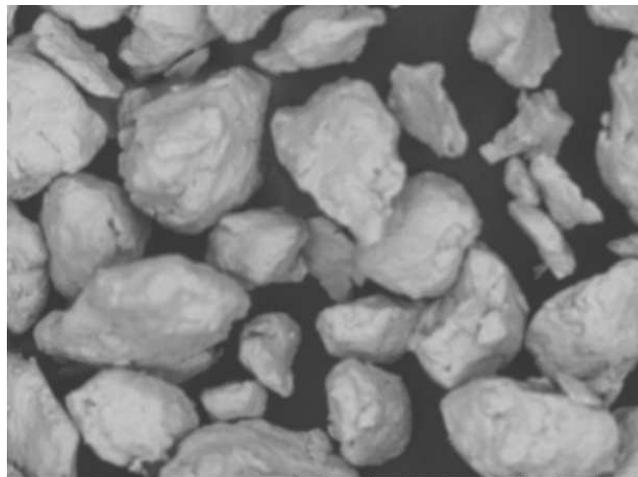


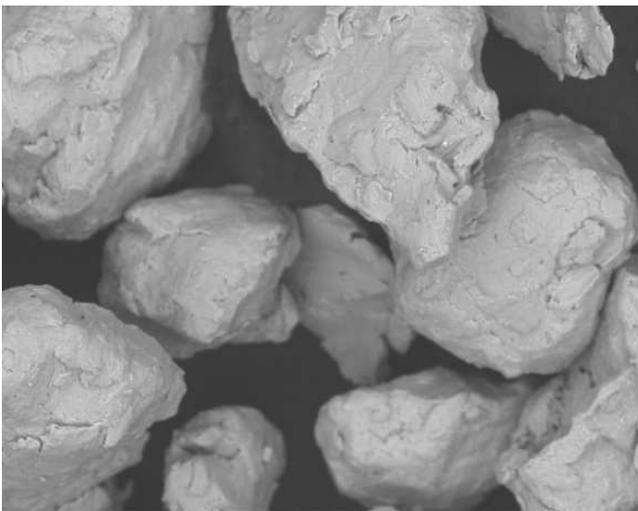
Figura 22 - Micrografias de partículas moídas com relação de esfera/pó de 4:1, por 60 minutos.



1G 2012/10/30 NL D5,3 x100 1 mm



1G 2012/10/30 NL D5,3 x500 200 um



1G 2012/10/30 NL D5,1 x1,0k 100 um

Figura 23 - Micrografias de partículas moídas com relação de esfera/pó de 6:1, por 60 minutos.

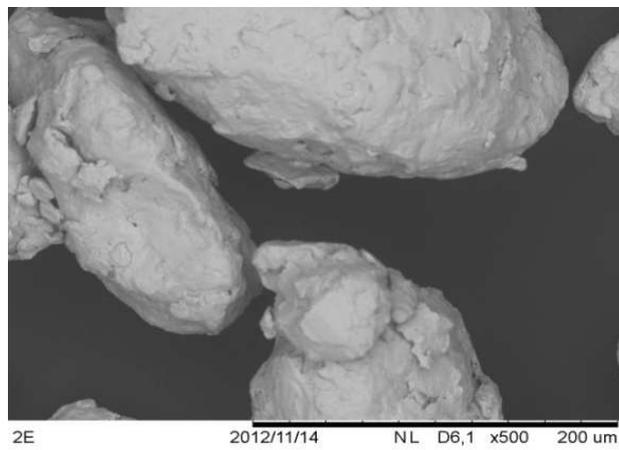
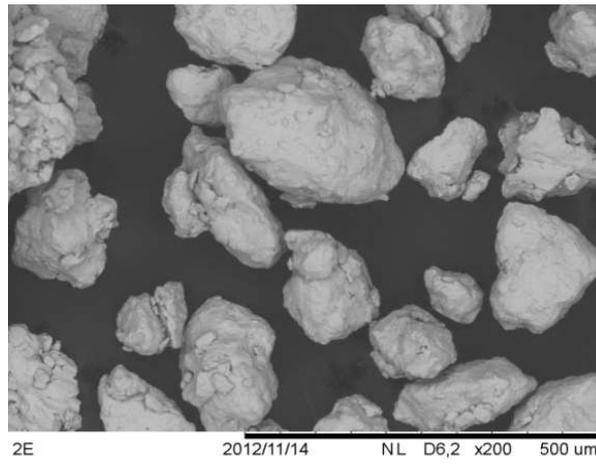


Figura 24 - Micrografias de partículas moídas com relação de esfera/pó de 8:1, por 60 minutos.

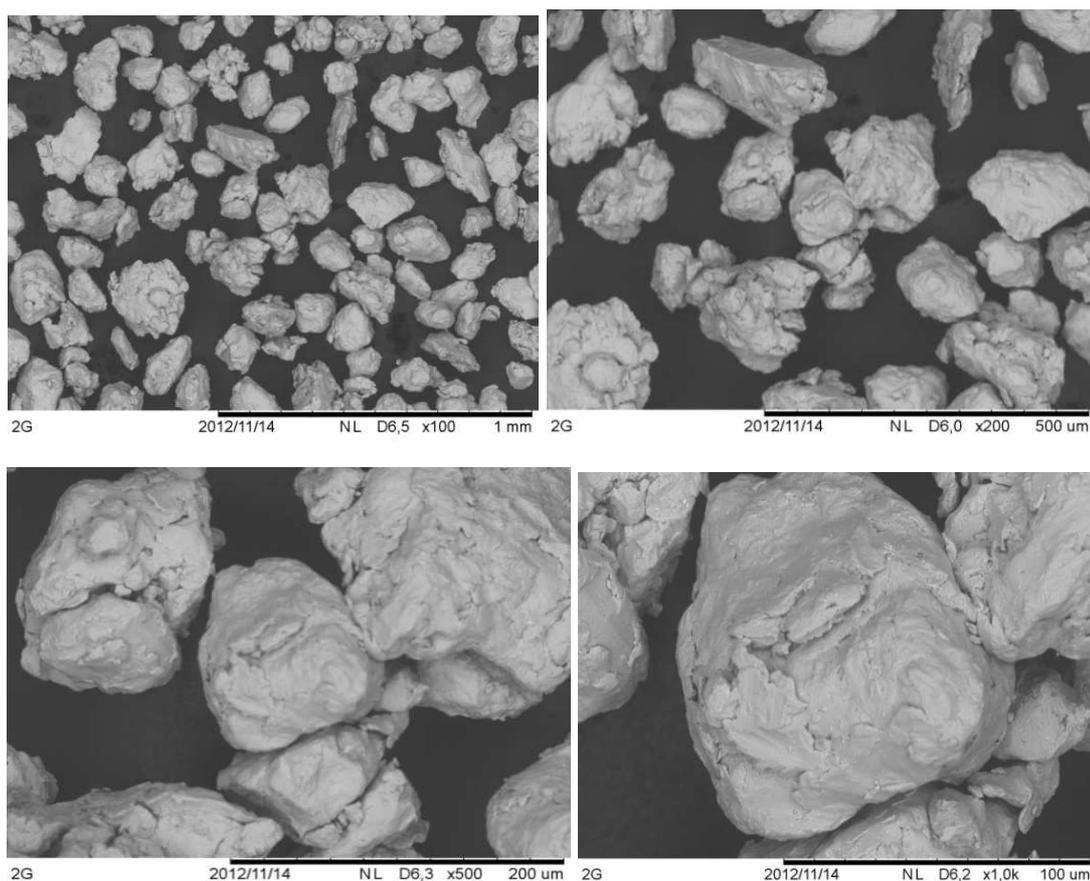


Figura 25 - Micrografias de partículas moídas com relação de esfera/pó de 10:1, por 60 minutos.

A figura 22, indicativa de moagem de pós com relação esfera / pó de 4:1 mostra que há uma variação muito grande de tamanho. Verifica-se que há presença de partículas 6 a 8x maiores que a população de partículas menores. Além disso, pós de morfologia heterogênea são encontradas.

Em moagem realizada com relações esfera/pó de 6:1 figura 23, os pós apresentam maior uniformidade de tamanhos e forma. Este tipo de moagem atinge níveis eficientes no tocante a homogeneidade das partículas.

O aumento da relação de esferas / pós de 8:1 figura 24 e 10:1 figura 25, leva a um acentuado aumento de tamanho das partículas. Este comportamento, comum em materiais dúcteis tem o nome de soldagem a frio e ocorre em função dos altos níveis de impacto, o metal esta sendo submetido durante a moagem em moinho planetário. A liga Co–Cr–Mo possui baixa ductilidade, o que possibilita que o material sofra reduções de tamanho de partícula em níveis primários de deformação. A observação visual dos

resultados indica que em limite aceitável de esferas de WC-Co a serem utilizadas nesse sistema de moagem esteja na faixa de 6:1 figura 23.

A figura 26 (a,b,c,d, e) apresenta os difratograma de raios X dos pós moídos em diferentes relações de esfera / pó.

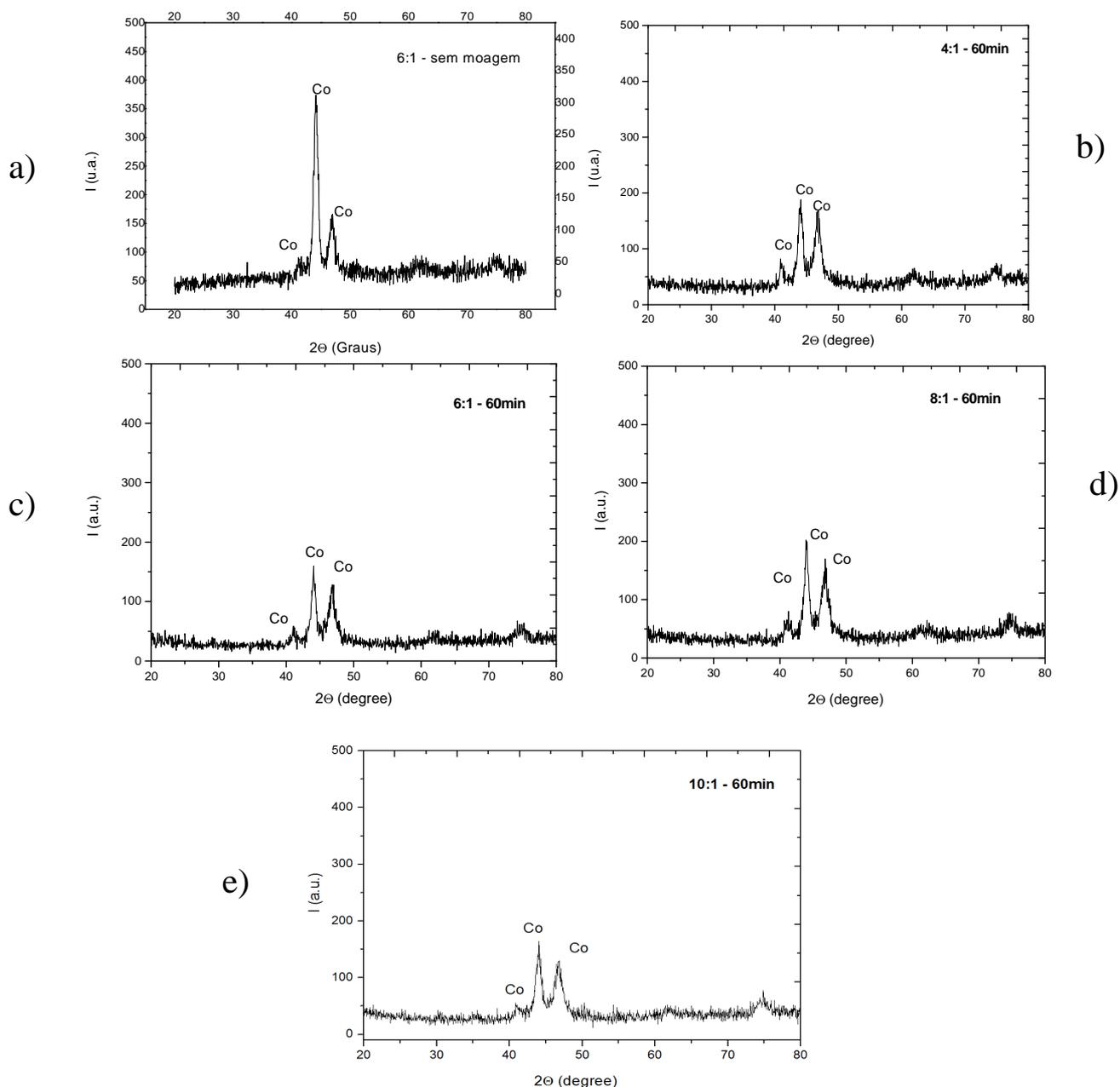


Figura 26 – difratograma de raios X de pós moídos (a,b,c,d,e) em 60 minutos em diferentes relações Mássicas de esfera de WC-Co e pós.

Comparativamente com o difratograma de raios-X dos cavacos é verificada uma redução da intensidade dos picos de ϵ – Co em função do aumento da relação esfera / pó de 4:1 figura 22 e 6:1 figura 23.

Os difratogramas de raios-X de pós com relação de 8:1 figura 24 e 10:1 figura 25 apresentam picos com maior intensidade, os quais podem estar relacionados ao aumento do tamanho médio das partículas.

6. CONCLUSÕES

O processo de moagem de alta energia se mostrou eficiente para a liga Co- Cr- Mo. Os cavacos metálicos sofreram redução do tamanho de partícula, com respectiva redução do tamanho do cristalito da ordem de 50% em 120 minutos de moagem.

Uma queda do tamanho do cristalito em função do aumento de tempo de moagem e da relação esfera/pó utilizada foi observada em todas as condições de moagem, o material ainda apresentou grau de cristalinidade nas fases, o que indica que nas condições de moagem realizadas, a energia de deformação inserida no moinho não foi suficiente para amorfização total da liga.

Considerando o estudo preliminar com vista à utilização deste pó em sinterização a laser seletiva, o processo de moagem permite a aglomeração semi-esferoidizada das partículas com redução de seu tamanho médio, com valores na ordem de 0,1 a 0,5 mm, testes preliminares realizados em campo, demonstraram que os pós permitiram a sinterização em níveis interessantes de densidade quando o acabamento superficial é adequado para a aplicação final do produto.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar teste em campo prototipagem de próteses dentarias utilizando este pó.
- Investimento da microestrutura resultante da sinterização de substratos por sinterização a laser seletiva utilizando estes pós e avaliação de suas propriedades mecânicas e biológicas.
- O aspecto das partículas tratadas termicamente indica um nível de esferoidização superior que os pós apenas moídos.
- Estes aspectos terão significativa importância durante a sinterização a laser, onde a fusão superficial de cada partículas, energia motriz para a formação de pescoço no corpo sinterizado, exigem um nível de regularidade considerável.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANUSAVICE, KENNETH J.; Phillips - Materiais Dentarios; Elsevier; 11o Edicao; p.800; 2005.

ASTM INTERNACIONAL; ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys; ; 414 p., 2000.

ASTM INTERNACIONAL: Standard Specification for Wrought Cobalt-28Chromium-6Molybdenum Alloys for Surgical, ASTM INTERNACIONAL, 2008.

ATZMON, M. In situ thermal observation of explosive compound-formation reaction during mechanical alloying. Phys. Rev. Lett., v. 64, p. 487-90, 1990.

BELLOSI, A. et al. Development and characterization of anaphase Si₃N₄-based ceramics. **Mater. Sci. Forum**, v. 235-238, p. 255-60, 1997.

BISWAS et al. A study of solid-state amorphization in Zr-30 at% Al by mechanical attrition. J. Mater. Res., v. 11, p. 599-607, 1996.

CALKA, A.; WILLIAMS, J. S. Synthesis of nitrides by mechanical alloying. Mater. Sci. Forum, v. 88-90, p. 787-94, 1992.

CHEN, Y.; WILLIAMS, J. S. Mechanically alloyed and nanocrystalline materials. In: Proceedings of the International Conference on Metastable. **Mater. Sci. Forum**, 1996, v. 225-227, p. 881-888. 112.

CHIN, Z-H.; PERNG, T-P. Amorphization of Ni-Si-C ternary alloy powder by mechanical alloying. Mater. Sci. Forum, v. 235-238, p. 121-126, 1997.

CHU, B-L.; CHEN. C-C.; PERNG, T-P. Amorphization of Ti_{1-x}Mn_x. Metall and Mat.Trans A, v. 23, n. 8, p. 2105-2110, 1992.

CRAIG, R.G. POWERS J.M.; Materiais dentários restauradores; 11o Edicao; São Paulo:Santos; 704 p.; 2004.

DESIGNATION: ASTM F1537 – 08, Standard Specification for Wrought Cobalt-28Chromium-6Molybdenum Alloys for Surgical Implants, (UNS R31537, UNS R31538, and UNS R31539)¹ <http://www.astm.org/Standards/F1537.htm> Mai. 2013.

DISEGI, J.A.; KENNEDY, R.L.; PILLIAR, R.; Cobalt – base alloys for biomedical application. “ASTM Stock Number SPT1365”; ASTM Internacional; p. 225; ISBN 0-8031-2608-5; 1999.

DOLGIN, B. P. et al. Mechanical alloying of Ni, CO, and Fe with Ti. Formation of an amorphous phase. J Non-Cryst. Solids, v. 87, p. 281-289,1986.

EL-ESKANDARANY, M. S. Synthesis of nanocrystalline titanium carbide alloy powders by mechanical solid state reaction. Metall Mater. Trans., v. A27, n. 8, p. 2374-2382, 1996.

EOS GmbH _ Electro Optical Systems. Working Principle of Laser-Sintering. Disponível em <<http://www.eos-gmbh.de>>. Acessado em 03 janeiro 2013.

ERMAKOV, A. E.; BARINOV, V. A.; YURCHIKOV, E. E. Phys. Met. Metallogr., v. 54, n. 5, p. 90-96, 1982.

ERMAKOV, A. E.; YURCHIKOV, E. E.; BARINOV, V. A. Amorphous transition in intermetallic compounds induced by high ball milling. Phys. Met. Metallogr., v.52, n. 6, p. 50-58, 1981. 113.

GAVRILOV, D.; VINOGRADOV, O.; SHAW W. J. D. In: Poursartip A, Street K, editors. Proc. Inter. Conf. on Composite Materials, ICCM-10, Woodhead Publishing, 1995, v. 3, p. 11.

GERASIMOV, K. B. et al. Tribochemical equilibrium in mechanical alloying of metals. J. Mater Sci, v. 26, n. 9, p. 2495-500, 1991.

GILMAN, P. S.; BENJAMIN, J. S. Mechanical alloying. Annu. Rev. Mater. Sci., v. 13, p. 279-300, 1983.

GUO, W. et al. Synthesis of amorphous and Metastable Ti₄₀Al₆₀ alloys by mechanical alloying of elemental Powders. J. Mater. Sci., v. 29, n. 9, p. 2436-44, Jan. 1994.

GUPTA, K.P.; The Co-Cr-Mo (Cobalt-Chromium-Molybdenum) System; Journal o Phase Equilibrium and Diffusion; ASTM INTERNACIONAL; vol. 26; 2005.

<http://www.alemmar.com.br/main.asp?menu=3&submenu=48> Acessado em Domingo, 22 de Outubro de 2013 02:12.

http://www.inpi.gov.br/portal/artigo/guia_basico_patentes Acessado em Terça-feira, 2 de Abril de 2013 16:12.

IVANOV, E. Mater. Sci. Forum, v.88-90, p. 475-80, 1992.

JCPDS Powder Diffraction File, Inorganic materials. Pennsylvania: Swarthmore, International Centre for Diffraction Data., 2010.

KALOSHKIN, S. D. Phase transformations and hyperfine interactions in mechanically alloyed Fe-Cu solid solutions. Mater. Sci. Forum, v. 235-238, p. 565-570, 1997.

KATAMURA, J.; YAMAMOTO, T.; QIN, X.; SAKUMA ,T. Mechanical alloying in the system ZrO₂-ZrN. J. Mater. Sci. Lett., v. 15, n. 1, p. 36-37, 1996. 114.

KILNER, T. et al; Phase identification and inceptien melting and casting Co-Cr surgical implants alloys; Journal of Biomedical Materials Research; vol. 16; 63-79 p.; 1982.

KIS-VARGA, M.; BEKE, D. L. Mater. Sci. Forum, v. 225-227, p. 465-70, 1996.

KLUG, H. P.; ALEXANDER, L. E. X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials. New York: John Wiley, 1974.

KOCH, C. C. Processing of metals and alloys a comprehensive treatment. In: Cahn RW, editor. Materials Science and Technology $\text{\textcircled{D}}$. Weinheim, Germany: VCH Verlagsgesellschaft, GmbH, 1991, v. 15, p. 193-245.

KRAUS, W.; NOLZE, G. PowderCell – a program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powder patterns. J. Appl. Cryst. v. 29, p. 301-303, 1996. 119.

LARSON, J. M.; LUHMAN, T. S.; MERRICK, H. F. Mechanically alloyed superconducting compounds. In: Meyerho€ RW, editor. Manufacture of superconducting materials. Materials PARK, OH: ASM International, 1977. p. 155-163.

LEE, P. Y.; KOCH, C. C. The formation and thermal stability of amorphous Ni-Nb alloy powder synthesized by mechanical alloying. J. Non-Cryst. Solids, v. 94, p. 88-100, 1987.

LIU, L. et al. Solid state reactions of V₇₅Si₂₅ driven by mechanical alloying. Mater Sci. Forum, v. 235-238, p. 163-168, 1997.

MASSALSKI, T.B.; Binary Alloy Phase Diagrams; ASTM INTERNACIONAL; 3589 p.; 1990.

MIKI, M.; YAMASAKI, T.; OGINO, Y. Preparation of nanocrystalline NbN and (Nb, Al) N powders by mechanical alloying under nitrogen atmosphere. Mater. Trans. Japan Inst, 1992.

NARAYAN, R.; Biomedical Materials; Publisher Springer; 550 p.; 2009; ISBN 978-0-387-84871-6.

OGINO, Y. et al. Non-equilibrium phases formed by mechanical alloying of Cr-Cu alloys. *Non-Cryst. Solids*, v. 117/118, p. 737-740, 1990.

OHTANI, T.; MARUYAMA, K.; OHSHIMA, K. Synthesis of copper, silver, and samarium chalcogenides, by mechanical alloying. *Mater. Res. Bull.*, v. 32, p. 343-350, 1997.

OKADA, K. et al. Difference of mechanochemical factors for Al₂O₃ powders upon dry and wet grinding. *J. Mater. Sci. Lett.*, v. 11, n. 12, p. 862-864, 1992. 116.

PARK, Y-H.; HASHIMOTO, H.; WATANABE, R. *Mater Sci. Forum*, v. 88-90, p. 59- 66, 1992.

PEARSON, P.; CALVERT, L. D. *Pearson's Handbook of Crystallographic Data for Intermetallic phases*. 2nd ed. Materials PARK: ASM International, 1991.

RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *J. Appl. Cryst*, v. 2, p. 65-71, 1969.

RIDEOUT, S. et al; *Intermediate Phases in Ternary Alloy Systems of Transition elements; Phase equilibria; Vol. 191; 872-876 p.; 1951.*

ROSENTHAL, R. et al; *Phase characterization in as-cast F-75 Co-Cr-Mo-C alloys; Springer; 2010.*

SANTOS, F. A.; RAMOS, A. S.; RODRIGUES JR., D. Verificação de obtenção e estabilidade de fases supercondutoras dos sistemas Nb-Al e Nb-Sn por moagem de alta energia. In: ENCONTRO NACIONAL DE FÍSICA DA MATÉRIA CONDENSADA, 30º, 2007, São Lourenço, MG, Anais do 30º Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada.

SANTOS, F. A.; Verificação da eficiência de moagem de alta energia na incorporação do dopante ZrB₂ na fase MgB₂ Lorena – SP 2008.

SANTOS, LUIZ ALBERTO. Processamento e caracterização da liga 66%Co-28%Cr-6%Mo para implantes Lorena - SP 2011.

SURYANARAYANA, C. Does a disordered γ -TiAl phase exist in mechanically alloyed Ti-Al powders Intermetallics, v.3, p. 153-160, 1995.

SURYANARAYANA, C. et al. Phase selection in a mechanically alloyed Cu-In-Ga-Se powder mixture. J. Mater. Res., v. 14, p. 377-383, 1999.

SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. Progress in Materials Science, v. 46, p. 1-184, 2001.

SURYANARAYANA, C.; CHEN, G. H.; FROES, F. H. Milling maps for phase identification during mechanical alloying. Scripta Metall Mater., v. 26, p. 1727-1732, 1992.

TAKACS, L.; PARDAVI-HORVATH, M. Nanocomposite formation in the Fe₃O₄-Zn system by reaction milling. J. Appl. Phys., v. 75, p. 5864-6, 1994.

VARANA, ROCCO; Structure - property investigation of Co-Cr-Mo alloys used in metal-metal total hip replacements; Department of Mining and Metallurgical Engineering; Montreal - Canada; 1998.

VOLPATO, Neri; Time-saving and accuracy issues in rapid tooling by selective laser sintering. Tese de Doutorado. Escola de Engenharia Mecânica. Universidade de Leeds, Leeds, UK. Julho de 2001.

WATAHA, J.C.; Alloys for prosthodontic restorations; The Journal of Prosthetic Dentistry; 351-363 p.; 2002.

WATANABE, R.; HASHIMOTO, H.; PARK, Y-H. Production of amorphous powder of Ti-Al intermetallic compound by vibratory ball milling. *Advanced powder metallurgy*, v. 6, p. 119-130, 1991.

YAMAZAKI, T. et al. Mechanical alloying between Ni powder and liquid Ga. *J. Mater. Sci. Lett.*, v. 16, n. 16, p. 1357-1359, 1997.

ANEXOS

ANEXO 1 - Busca de anterioridade da Patente no tema proposto.

Referencias e Pesquisas de Patente: Pós esferoidizados de Co-Cr-Mo para aplicação odontológica obtidos por moagem de alta energia.

1) OBJETIVO DA PESQUISA: localizar possíveis documentos anteriores relevantes ao pedido de patente acima citado.

2) MÉTODO DE PESQUISA: foram pesquisados todos os documentos nacionais e estrangeiros a partir de palavras chaves, utilizando as seguintes bases de pesquisas:

- espacenet.com

- inpi.gov.br

- orbit.com.

A pesquisa realizou a “combinação” de todas as referidas palavras chaves objetivando atingir as metas da busca, ou seja, localizar documentos que tenham igualdade ou semelhança com o objeto pesquisado.

3) PALAVRAS CHAVES: chromium, cobalt, molybdenum, dentistry, prosthesis, high energy, spherodized, particles, milling, foundry, sintering, granulometric, heat treatment, machining, vacuum.

4) OBJETO DE PATENTE A SER PESQUISADO: Segundo questionário e contexto da patente, o pedido de patente trata da Obtenção de liga metálica de Co-Cr-Mo de alta pureza obtida por fundição convencional, ou seja, diferentes composições, contendo Co-Cr e podendo ou não conter Mo. O processo especifica a criação de cavacos a partir da usinagem, em máquinas operatrizes, desta liga, Essa etapa gera tamanhos de partículas abaixo de 1,0mm. Posteriormente, é feita a limpeza destes cavacos, utilizando decapagem química. Na sequência, é promovida a secagem em estufa, em temperaturas variáveis entre 60° C e 120° C. A próxima etapa é a moagem de alta energia, preferencialmente em vácuo ou atmosfera inerte, levando as partículas a uma redução para tamanhos variando entre 0,05µm e 250µm. Feito isso, se realiza a

separação granulométrica das partículas, por tamanho, mediante de esteiras de diferentes malhas. Na próxima etapa, é realizado tratamento térmico de esferoidização utilizando atmosfera inerte ou vácuo, em temperaturas entre 600° C e 1500° C, por tempos variáveis entre 0 e 5h. Com isso, se obtém a esferoidização superficial, devido à

maior difusão superficial das partículas. Por fim, se promove a fragmentação superficial e separação granulométrica, mediante uso de sistema vibratório de peneiras com conjunto de peneiras de diferentes malhas.

5) CLASSIFICAÇÕES INTERNACIONAIS E SUA APLICAÇÃO JUNTAMENTE COM AS PALAVRAS CHAVES: As classificações internacionais consideradas relevantes ao escopo da pesquisa são as seguintes:

- A61K;
- A61C;
- C22C;
- B22F.

Estas foram cruzadas com as palavras chaves e resultaram em números muito elásticos, que foram refinados a partir da associação de palavras chaves no sentido de definir, com menor elasticidade, os números de documentos.

6) DOS DOCUMENTOS LOCALIZADOS: A pesquisa localizou documentos de origem nacional e estrangeiro, estando todos anexos a este Parecer. A pesquisa não levou em consideração datas de depósito ou de publicação dos documentos, haja vista que o objetivo é o levantamento do estado da técnica, em relação ao objeto de busca.

Os documentos localizados têm suas cópias anexadas a este documento, sendo que, para melhor interpretação, apresentasse, a seguir, as traduções dos documentos estrangeiros, de acordo com o sistema de tradução automática oferecido pelas bases pesquisadas:

RESUMO CN101693966

Um material em suporte de aço da liga de odontologia pertence ao campo técnico de materiais odontológicos.

Os elementos químicos e percentagens em peso do material de liga de aço de apoio, que incluem cobalto leva 62% -64%, de cromo tem 28% -30%, molibdênio leva 4% - 5%, de titânio tem 0,3% -1,2%, 0,2% de silício leva - 1,3%, o ferro tem 0,2% -1,0%, manganês leva 0,2% -1,3% de carbono e leva 0,1% - 1,2%.

O aço suporte material da liga de odontologia prestado pelo regime técnico da invenção é bom em biocompatibilidade com o corpo humano, tem resistência à corrosão bem, tem taxa de hemólise inferior a 5%, não tem toxicidade sistêmica aguda, tem citotoxicidade que não é maior do que I nível, e não tem irritação da membrana mucosa oral ou sensibilização de contato atrasada, e, em seguida, o apoio material da liga de aço tem perfeita segurança.

Além disso, porque o material de liga de aço de suporte é 767,1-789 em resistência à tração (MPa), 5,36-5,44 do alongamento (%) e na 392,8-411 dureza Vickers, o suporte de material de liga de aço tem uma força apropriada, a dureza e resistência ao desgaste e propriedade muita de transformação, e pode ser adaptável a tecidos moles e duros dentro orais.

RESUMO RU2454988

CAMPO: Medicina.

SUBSTÂNCIA: invenção refere-se a ligas de níquel resistentes à corrosão aplicáveis para fazer peça inteira e porcelana fundida coroa de metal e pontes protéticos.

O que é declarado é a liga de alta resistência níquel para ortopedia odontologia que contém% em peso: carbono - não mais do que 0,03, o silício - 0,8-1,8, manganês - 0,2-1,0, cromo - 22,5-26,0, molibdênio - 8,0-10,5, cobalto - 0,1-5,5, nióbio - 0,4-1,3, ferro - não mais do que 0,4, o vanádio - 0,01-0,40, ítrio - 0,005- 0,100, bem como níquel e impurezas inevitáveis.

O teor de níquel na liga não faz mais do que 61,5% em peso, e o teor total de nióbio e vanádio está relacionado como se segue: (% Nb) + (% V) = 0,6-1,5.

EFEITO: maior resistência da liga e aplicabilidade para reparação de próteses e de porcelana sem acumulação com o nível mantido plasticidade, valores TCLE e força de

metal o composto de metal, resistência à corrosão e também para a fabricação de adaptabilidade na produção de próteses: propriedades de fundição, trabalhabilidade, polimento.

RESUMO CN102002613

A invenção revela uma porcelana material da liga Co-Cr para odontologia, compreendendo os seguintes elementos químicos em porcentagem em peso: 60-62 por cento dos Co, 25-27 por cento de Cr, 4-5 por cento de Mo, 6-8 por cento do W , 0,2-0,8 por cento de Ti, 0,1-0,5 por cento de Si, 0,2-0,7 por cento de Fe e 0,5-1,0 por cento de Mn. O material de liga de Co-Cr de porcelana da invenção tem as vantagens da dosagem adequada, dureza e resistência à abrasão, o desempenho estável e favorável usinabilidade e está adaptada para os tecidos duros e moles da cavidade oral.

RESUMO BG104791

A liga tem melhorado de moldagem e as propriedades mecânicas.

A composição compreende os seguintes componentes, em peso.

%: Co ou Ni 55,0-80,0

Cr 18,0-32,0

Mo 3,0-12,0

Si e Mn 0,1-2,0

La₂O₃ e / ou CeO₂ de 0,1 a 1,0 boretos de metais de transição do grupo IV-VI de 0,1 a 5,0 W e opcionalmente de 2 a 13. Os componentes da mistura, com tamanho médio de até 30 m, são homogeneizados na presença de carbono contendo-os líquidos, de preferência, mistura de éter de petróleo, benzeno e extração, após o qual a mistura é seca a 39-60 graus C e é pressionada em espaços em branco com força de pressão de 1 a 10 e é t/cm² sinterizados sob vácuo ou em meio de proteção de Ar ou H₂. Do blanks coroas, pontes, próteses esqueleto e outras estruturas de odontologia são produzidos sobre a qual (porcelana) revestimentos cerâmicos são feitas. 9 reivindicações.

RESUMO CN103083094

A invenção proporciona um método de fabrico de um total de cerâmica pós-núcleo integrado personalizado e clínica da odontologia. O método de fabricação é caracterizado por um scanner visível de alta precisão e de curto comprimento de onda é adotado e usado diretamente para a digitalização intra orais dentes defeituosos submetidos a preparo do canal radicular, o incisivo central prótese projeto CAD / CAM (Computer Aided Design / Computer Aided Manufacturing) é adotado, o projeto de integração do pós e do núcleo é realizado, e então o projeto método back-corte incisivo é realizado para realizar o projeto do todo-cerâmica pós-and-core integrado, e equipamentos de processamento de controle numérico é adotado e usado para transformação, a fim de realizar o fabrico da cerâmica pura pós-e-núcleo.

RESUMO US6384099

Um método e sistema são divulgados para a cura de materiais poliméricos, incluindo compósitos dentários. De preferência, a luz modulada é utilizada para controlar a formação de cadeias de polímeros no material polimérico de modo a que um material polimérico curado que tenha as características físicas desejadas para a sua função pretendida é formada. A formação de polímeros de cadeia curta e de cadeia longa a partir de monômeros no material polimérico é iniciada e controlada utilizando uma fonte de luz com um comprimento de onda adequado para um ou mais iniciadores encontrados no material polimérico.

RESUMO GB1032272

Uma liga à base de prata, para utilização na produção de composições de enchimento de plástico dente quando triturado com mercúrio, consiste TABS:1032272/C6-C7/1 > o equilíbrio, para além de impurezas inevitáveis, sendo de prata na gama de 80-99,5%. Acima de 1% (com base no peso total da liga) dos metais de Pt e Pd, podem ser substituídas por Rh e / ou Ru e / ou Ir e / ou o ósmio e até 0,5% (com base no peso total de a liga) dos metais de base, pode ser substituído por Ni e / ou Co e / ou Cr e / ou Si. A liga pode ser triturada mecanicamente, ou a liga fundida pode ser pulverizada, por exemplo, a partir de um maçarico de arco de plasma em um líquido (por exemplo, água).A liga pode também ser preparada sob a forma pulverulenta, por deposição

catódica a partir de uma solução de compostos adequados ou por precipitação a partir de tal solução. O tamanho de grão de preferência é inferior a 0,2.

RESUMO RU2354740

CAMPO: metalurgia.

SUBSTÂNCIA: aço contém carbono, silício, manganês, cromo, níquel, molibdênio, nitrogênio, ferro e aditivos inevitáveis, a seguinte relação de componentes,% em peso: 0,1-0,2 carbono, silício 1,3-2,5, 1,0-2,5 manganês, cromo 19,0- 25,0, níquel 15,0-23,0, molibdênio 2,5-5,5, nitrogênio 0,04-0,15, ferro e aditivos inevitáveis - o resto. Equivalentes de austenita e ferrita relacionados seguindo dependência $A_{eq}/F_{eq} \leq 0,85$, onde $A_{eq} = \% Ni + 30\% C + 27\% N + 0,5\% Mn$, $F_{eq} = \% Cr + \% Mo + 1,5\% Si$. ^ EFFECT: aço endurecimento, é, desde que recebendo de forma estável estrutura austenítica, antimagnético com a manutenção da estabilidade de corrosão e não tóxico na cavidade oral, de fabrico a fabricação de prótese dentária.

RESUMO CN101229101

O invento pertence a uma área de preparação e aplicação de tecnologia de material de porcelana no campo de reparação boca, em particular a um método de preparação de um material de porcelana gradados com cromo níquel como um chão de metal. Um pó de porcelana que leva leucite como uma fase crystallng principal é sintetizado e a percentagem em peso dos componentes do pó refere-se 66,67 por cento de SiO₂, 16,57 por cento de Al₂O₃, 12,81 por cento de K₂O, 2,64 por cento de Na₂SO₄, e 0,89 por cento de outros. Graduados ajustando os componentes são adicionados, em que o pó de porcelana e a percentagem em peso dos componentes refere-se a de 30 a 40 por cento de Ni, 10 a 20 por cento de cromo, de 0 a 10 por cento de NiO e de 40 a 50 por cento de Cr₂O₃. O pó de porcelana adicionado com os componentes de ajuste graduados é moldado com um método de acumulação de camadas e é aglomerado. O componente graduado de material de porcelana preparada é caracterizada por aliviar o estresse de calor entre o ouro e porcelana e melhorar a intensidade, e estabelece uma base para a aplicação clínica de porcelana boca de reparação.

RESUMO BG110193

O método e a composição são utilizados para a produção de produtos de carboneto de boro aplicados baseadas na metalurgia, processamento de metal, o dentista, o equipamento nuclear, a indústria militar, etc Os produtos que têm alta densidade fornecendo parâmetros físicos e mecânicos máximos. O método consiste na homogeneização do carboneto de boro em pó com aditivos de ativação de, pelo menos, um carboneto de metal de transição, selecionadas a partir do grupo que contém Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, de moldagem e de sinterização sem aplicação de pressão. De acordo com o invento, AlV12 boreto de alumínio pode ser utilizado como aditivo também, e a mistura de carboneto de boro e os aditivos de ativação é sujeito, simultaneamente, a um tratamento mecânico intensivo e homogeneização no dispositivo de moagem de alta energia, e nomeadamente moinho centrífugo do tipo planetário, por um período de 4-6 h. Depois da moldagem, os produtos com a forma desejada, são submetidos a sinterização de fase única à temperatura de 2100-2300. A invenção também diz respeito à composição para a produção de materiais sólidos com base em carboneto de boro que contém aditivos de ativação a sinterização, de pelo menos um carboneto de metal de transição, selecionadas a partir do grupo que contém Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W. Em conformidade com a invenção, a composição contém ativando aditivo boreto de alumínio AlB12 na seguinte proporção de componentes: carboneto de metal de transição de 1 a 45% em massa, boreto de alumínio AlV12 de 1 a 15% em massa de carboneto de boro e V4S uso descansar a 100% em massa.

RESUMO JPH06189976

PROPÓSITO: Para obter um belo aspecto garantir uma elevada resistência por formação de um suporte para correção dentária, de modo a ter uma superfície voltada para os dentes, um par de superfícies laterais e superfícies laterais do mordente ligados a estas superfícies laterais emparelhadas, e revestindo as superfícies laterais do mordente dental com terra-pot.

CONSTITUIÇÃO: Este suporte 10 para correção dentária tem uma almofada de apoio 11, um par de asas coladas 12, 14, além de um suporte 16, e é feita de metais tais como ligas de Cr-Ni, aço inoxidável e semelhantes. As paredes laterais 30, 40 são

feitos de um dos lados de cada asas coladas 12, 14, para revestir as superfícies laterais de cada mordente ligado asa 12, 14 com dentário terra-pot P. Este revestimento é feito com pasta de pó de terra pote de água , depois de cobrir todas as áreas não-revestimento com vínculo ou qualquer outro agente blindagem. Exceto para a ligação, ou de qualquer outro agente de blindagem, este suporte é feito através da aplicação de um tratamento térmico, a cura e arrefecimento, cuja espessura é de 0,001-0,010 polegadas.

RESUMO JP2007270330

Problema a ser resolvido: para proporcionar uma chapa de aço, que é superior em FB trabalhabilidade e ainda mais em moldabilidade, após a etapa de trabalho FB, e proporcionar um método de fabrico.

SOLUÇÃO: Um material base de aço tem uma composição que compreende, em % em massa, de 0,1-0,5% de C, 0,5% ou menos de Si, 0,7-2,0% Mn, 0,03% ou menos de P, 0,02% ou menos de S, e com o equilíbrio Fe impurezas inevitáveis tem uma estrutura em que um diâmetro médio de partícula de ferrite é de 1 a 10 (μ) m, de uma taxa de esferoidizado de carbonetos é de 80% ou mais, e uma quantidade S <SB> gb </SB> de carbonetos nos limites dos grãos de ferrite definido pela expressão de S <SB> gb </SB> (%) = Como <SB> em </SB> / (S <SB> em </SB> + S <SB> em </SB>)} * 100 é mais de 40% e tem uma dureza tal que a diferença entre a dureza significativo na região entre a superfície e uma porção de fundo de 10% da espessura da chapa e de dureza média, numa parte central da espessura da placa é de 5 a 20 pontos por dureza Vickers HV. As placas de aço podem também incluir 0,2 a 1,5% de Mn e mais um ou dois elementos selecionados a partir de Cr e Mo, para que o teor total de Mn, Cr, Mo e Al pode ser inferior a 5,0%.COPYRIGHT: (C) 2008 JPO e INPIT.

RESUMO CN101229100

A invenção refere-se a um dente de zircônia / leucite porcelana pó compósito e a um método de preparação da mesma. O material inclui os seguintes componentes: de 50 a 60 por cento de SiO₂, 10 a 20 por cento de Al₂O₃, 16 a 30 por cento de K₂O, de 2 a 5 por cento de Na₂O e de 2 a 15 por cento de ZrO₂. O método de preparação do material

está relacionada com: selecionando um mineral feldspato de potássio em pó do primeiro grau, a adição de uma certa quantidade de cloreto de potássio, nanômetro corpo zircônia tetragonal pó e etanol para misturar uniformemente num moinho globo e a aquisição de um pó de matéria-prima após a secagem colocação do pó da matéria-prima num cadinho para calcinar a uma temperatura de 1000 a 3000 °C durante 30 a 90 minutos, arrefecendo naturalmente e adquirir o pó de porcelana composto zircônia / leucite com um diâmetro de grão de 10 a 30µm após trituração da matéria-prima através de moagem. As fases cristalização da zircônia e da leucite no pó de porcelana são distribuídas uniformemente. O coeficiente de dilatação térmica do pó é (12 a 16) multiplicado por 10⁻⁶ K e a intensidade anti-flexão do pó é de 90 a 130 MPa. A invenção também se caracteriza pela boa propriedade adesiva de cor e propriedade de alta tenacidade de fratura, etc, e estabelece uma base para a aplicação clínica da boca porcelana reparação.

RESUMO WO2011149101

É divulgado um pó de metal a ser utilizado na sinterização seletiva com a qual um objeto em forma tridimensional pode ser produzido, o metal em pó, sendo composto de uma mistura em pó contendo pós feitos de componentes de metal de endurecimento por precipitação. Em particular, o pó de metal revelado não contém, como o seu principal componente, um pó em que um componente à base de Fe e um componente à base de Ni ter sido ligado em conjunto, mas que contém um componente em pó à base de Fe e uma à base de Ni componente em pó na forma de pós separados.

RESUMO EP2465463

O método envolve o fornecimento de um corpo de base em forma de haste rotativamente simétricas (300) rotativo e trituração do corpo de base. O corpo de base é polida durante a sua rotação, em que o corpo de base tem diâmetro de 9,5 mm. O corpo de base é moído, onde o corpo de base compreende cobalto-cromo liga com a norma DIN EN ISO 6506-1. Os dados para a produção de peças de próteses dentárias é recebido. O corpo de base é fixada sobre uma mesa de mudança de direção (400) por um dispositivo de fixação (410), onde de moagem rotativo, moagem e de polimento e o corpo de base são executados com precisão de três micrômetros. Reivindicações

independentes também estão incluídos para o seguinte: (1) um produto de programa de computador que compreende um conjunto de instruções para realizar um método para a produção extra-oral de peças de prótese dentária (2) um dispositivo para a produção extra-oral de peças de próteses dentárias.

RESUMO CN101283953

A presente invenção refere-se à utilização de uma liga de cobalto-cromo para o fabrico de uma prótese dentária. A liga contém: 43-68% em peso de cobalto, cromo 12-30% em peso, 8-25% em peso de tungstênio, 0-13% em peso de ferro, 0-30% em peso de manganês, 0-10% em peso molibdênio, 0-5% em peso de pelo menos um dos elementos alumínio, tântalo, rênio, de titânio e menos de 0,1% por peso. A prótese dentária com trabalhabilidade favorável e uma baixa taxa de corrosão é obtida por fabrico da prótese dentária, por meio de uma soldadura a laser e / ou o processo de sinterização.

RESUMO DE10231737

Liga elenco Dental contém (em peso.%) 25-35 Cr, Mo 2-6, 3-12 W, 0,8-1,5 de Si, até 0,3 Mn, 0,1-0,35 N, menos de 0,1 de Ni, 0,2-1,5 Ta, impurezas inferior a 0,1 e um saldo de Co. Uma reivindicação independente está também incluído para um processo para a produção da liga de molde dentário de fundição contínua.

RESUMO DE19815091

Um modelo de fundição para fundição de ligas dentais, é constituído por... 20- 35% em peso de cromo (Cr), 4-8% em peso de molibdênio (Mo), $\leq 3\%$ em peso, de silício (Si), 0,05-1,2% em peso de tântalo (Ta), nióbio (Nb) e / ou de tungstênio (W), com $\leq 0,5$ em peso.% cada de Ta, Nb e / ou W, $\leq 0,3$ em peso.% de carbono (C), 0,05-0,4 em peso. % de azoto (N), ≤ 3 em peso.% de ferro (Fe), ≤ 3 em peso.% de manganês (Mn), 1 em peso.% de todas as impurezas, e o restante de cobalto (Co).

RESUMO DE4123606

A liga de Co-base ainda não tem acima 0.05wt.% De C, não superior a 0,3% de Mn, 0,9-1,8% de Si, acima de 0,15% de N, 22-25% de Cr, 6,5-8% de Mo, 4 -6% de W, e

0,15-0,35% de terras raras. Utilize / VANTAGEM - A liga é usado para preparar coroas, pontes ou peças fundidas, esp. lançando em 1430-1480 graus. C (reclamado), em odontologia. A liga tolera repetidos aquecimento sem deterioração da micro-estrutura ou afetar a força ou a resistência à corrosão, é biocompatível, pode ser gravado em ebulição água régia (1 pt HNO₃ + 3 pts.HCl), e é facilmente trabalhado sem precisar de um Atmosfera de proteção ou fundição no vácuo. O coefft. de expansão térmico a 25 500 graus. C não está acima de 14,3 x 10 energia (-6) graus. K (não inferior a 13,8 x 10 energia (-6) graus.K) a liga é esp. adequado para uso com cerâmica (coefft. De expansão térmica cerca de 13,7 x potência 10 (-6) graus. K), dando um risco reduzido de fendas ou de deslocamento da estrutura metálica subjacente nos ciclos de calor / frio para que próteses dentárias estão sujeitas.

RESUMO US5039574

O invento diz respeito a uma prótese revestida com cerâmica em que a estrutura de metal compreende uma liga contendo, cada um, em percentagem em peso: 0-0,4 de carbono, 0,1 a 5,0 de silício, 0,01-8,0 manganês, 25 a 35 de cromo, 1,0-8,0 molibdênio, 0,1 a 5 nióbio, 0-0,3 de níquel, 0 a 1,0 de ferro, sendo o restante de cobalto e impurezas resultante das condições de fabricação.

RESUMO US4714468

Uma dispersão reforçada liga de cobalto-cromo-molibdênio produzido por gás de atomização contendo uma dispersão de óxido de multa, e caracterizou-se, após a fabricação do gás de atomização, a transformação termomecânica e após exposição a alta temperatura, por uma excelente resistência à corrosão, elevada resistência à fadiga, de alta temperatura e alta ductilidade estabilidade um processo para a produção da referida liga de próteses e formado a partir da referida liga.

RESUMO GB2145117

A prótese dentária compreende uma base de uma liga metálica resistente à corrosão, durável e uma camada decorativa externa é feita de um material mais duro do que a base e compreende um ou mais compostos selecionados de entre os nitretos, oxinitretos, carboxynitrides, cyanonitrides, e óxidos de metais da família o subgrupo

subordinado do Grupo IV do sistema periódico. De preferência, Ti e Zr. A razão de espessura da camada decorativa externa à base é 1:10-200 respectivamente. No caso em que a base compreende uma estrutura de membros soldados feitos de uma liga metálica resistente à corrosão duradouro, a zona de junção soldada ou de toda a estrutura é revestida, por galvanoplastia ou técnica de vácuo, com uma camada adicional de cobalto, níquel, cromo molibdênio, ou de zircônio, ou nitretos de cromo ou molibdênio. A razão de espessura da camada adicional para a camada decorativa externa é 0.5-1:1 respectivamente. Depois disso, a camada decorativa externa é depositada pela técnica de vácuo.

RESUMO US4451236

A prótese dentária compreende uma base de uma liga metálica resistente à corrosão e resistente, pelo menos, uma camada decorativa externa. A camada decorativa externa é feita de um material mais duro do que a base e compreende, oxinitretos, nitretos, carboxynitrides cyanonitrides e / ou óxidos de metais do subgrupo subordinado do Grupo IV do sistema periódico. A razão de espessura da camada decorativa externa para a base é igual a 1:10-200 respectivamente. No caso onde a base da prótese dentária compreende uma estrutura de membros soldados a partir de uma liga metálica resistente à corrosão, durável, o método para o fabrico da prótese dentária compreende o fabrico de base por meio de membros de solda da prótese dentária a partir da referida liga em uma estrutura integrada. Em seguida, a zona de junção soldada ou de toda a estrutura é revestido, por galvanoplastia ou técnica de vácuo, com uma camada adicional de cobalto, níquel, molibdênio, cromo ou de zircônio, ou de nitretos de cromo ou de molibdênio. A razão de espessura da camada adicional para a camada decorativa externa é igual a 0.5-1:1 respectivamente. Depois disso, a camada decorativa externa é depositada pela técnica de vácuo.

RESUMO EP1568472

Metálica e / ou de produtos não-metálicos (3) são feitas por aplicação de uma (5) da camada de material por camadas utilizando um feixe de alta energia, controlado por computador, de preferência a laser (7) ou por feixe de elétrons.

O feixe irradia posições do material muitas vezes em cada caso. - A fabricação de metal e / ou produtos não-metálicos por sinterização de forma livre e / ou fusão envolve a aplicação de camada de material usando o computador controlado por feixe de alta energia, em especial a laser ou feixe de elétrons.

O feixe irradia posições predeterminadas dos materiais muitas vezes em cada caso, de preferência vezes (m), em que (m) é um número inteiro maior que 1. Cada uma das posições é inicialmente aquecida durante a primeira irradiação até uma temperatura abaixo do ponto de fusão (T_{melt}) do material e durante o mesmo irradiação até uma temperatura acima T_{melt} e está completamente derretido sobre a espessura da camada, de tal maneira que o material funde a posição de uma camada por baixo. Uma reivindicação independente também está incluído para um aparelho (1) para fazer metálica e / ou produtos não metálicos compreendendo fonte de feixe para a geração de feixe plataforma para receber um material que pode ser aplicado em camadas e um controlador para controlar o raio.

RESUMO EP1696044

Chama em ligas compreende (% em peso) de cobalto (55-65), cromo (20-30), tungstênio e / ou molibdênio (a soma do teor em peso de molibdênio e de metade do teor em peso de tungstênio é de 4 - 12), gálio (2-4), o silício (0-2), manganês (0,05-1,9), nitrogênio (0-0,4), carbono (0-0,2) vanádio, nióbio, tântalo, ferro, titânio, zircônio, háfnio (no total 0-5) níquel (0-0,1) metais do grupo da platina, rênio, ouro, prata e cobre, no total (0-0,09) e outros metais, semi-metais e impurezas (0-1).

Uma reivindicação independente também está incluído para com cerâmica revestida restauração dental, compreendendo uma estrutura dental da liga inventivo, e uma cerâmica dentária queimado para a estrutura dental ter um coeficiente de expansão térmica de 13×10^{-6} / (graus) K de 15×10^{-6} > / (graus) K.

RESUMO WO2004042098

O objetivo da invenção é o de melhorar a resistência à ruptura de uma liga de fundição dentária, evitando a referida liga de fundição dentária de se tornar demasiado duro. O referido objetivo é atingido por uma liga de molde dentário compreendendo essencialmente de 25 a 32 por cento em peso de Cr, 8 a 12 por cento em peso de W,

0,05-0,4 por cento em peso de um ou vários elementos do subgrupo 4 e / ou 5 do periódico sistema de elementos, impurezas relacionados à produção e cobalto.

RESUMO BRPI 0800664-4

A análise dos documentos acima demonstra que, alguns deles foram depositados em vários países. Esta última referência nacional é uma definição bem próxima do estado da técnica encontrado nos demais documentos, onde se tem alguns elementos químicos utilizados nestas próteses, com definições quantitativas semelhantes àquelas definidas no pedido de patente a nós apresentado, além de ser descrita a sinterização a laser; no entanto, não descreve, a exemplo dos demais, um tratamento de esferoidização nas condições apontadas no pedido de patente que referencia essa pesquisa; não estando demonstradas também as demais etapas do processo, ou seja:

a) Obtenção de liga metálica de Co-Cr-Mo de alta pureza obtida por fundição convencional, ou seja, diferentes composições, contendo Co-Cr e podendo ou não conter Mo.

b) criação de cavacos a partir da usinagem, em máquinas operatrizes, desta liga, Essa etapa gera tamanhos de partículas abaixo de 1,0mm.

c) Posteriormente, é feita a limpeza destes cavacos, utilizando decapagem química.

d) Na sequência, é promovida a secagem em estufa, em temperaturas variáveis entre 60°C e 120°C.

e) A próxima etapa é a moagem de alta energia, preferencialmente em vácuo ou atmosfera inerte, levando as partículas a uma redução para tamanhos variando entre 0,05µm e 250µm.

f) Feito isso, se realiza a separação granulométrica das partículas, por tamanho, mediante de esteiras de diferentes malhas.

g) Na próxima etapa, é realizado tratamento térmico de esferoidização utilizando atmosfera inerte ou vácuo, em temperaturas entre 600° C e 1500° C, por tempos variáveis entre 0 e 5h. Com isso, se obtém a esferoidização superficial, devido à maior difusão superficial das partículas.

h) Por fim, se promove a fragmentação superficial e separação granulométrica, mediante uso de sistema vibratório de peneiras com conjunto de peneiras de diferentes malhas.

ANEXO 2 - DEPOSITO DE PATENTE REALIZADO EM 2013

12/09/2013 860130002582 16:13 NPWB  0000221306581189 Protocolo	 BR 10 2013 023419 2 Número	 Código QR	
 INPI INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL Diretoria de Patentes Sistema e-Patentes/Depósito			
DIRPA  Tipo de Documento: Recibo de Peticionamento Eletrônico		DIRPA	Página: 1 / 2
Título do Documento: Recibo		Código: RECIBO	Versão: 01
DIRPA-FQ001 - Depósito de Pedido de Patente ou de Certificado de Adição		Modo: Produção	

O Instituto Nacional da Propriedade Industrial informa:

Este é um documento acusando o recebimento de sua petição conforme especificado abaixo:

Dados do INPI:

Número de processo:	BR 10 2013 023419 2
Número da GRU principal:	00.000.2.2.13.0658118.9 (serviço 200)
Número do protocolo:	860130002582
Data do protocolo:	12 de Setembro de 2013, 16:13 (BRT)
Número de referência do envio:	3607

Dados do requerente ou interessado:

Tipo de formulário enviado:	DIRPA-FQ001 v.003
Referência interna:	107897-207860
Primeiro requerente ou interessado:	FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CNPJ do primeiro requerente ou interessado:	32.504.995/0001-14
Número de requerentes ou interessados:	7
Título do pedido:	OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA.

Arquivos enviados:

Arquivo enviado	Documento representado pelo arquivo	Número de páginas
[package-data.xml]	Arquivo com informações do pacote em XML	---
[brf101-request.xml]	Formulário de depósito de pedido de patente ou de certificado de adição em XML	---
[application-body.xml]	Arquivo com dados do corpo do conteúdo patentário em XML	---
[brf101-request.pdf]	Formulário de depósito de pedido de patente ou de certificado de adição em PDF	---
RELATORIO.pdf [DOCUMENTO.pdf]	Arquivo com conteúdo técnico-patentário da petição - Relatório descritivo em formato eletrônico PDF páginas 1 a 15 - Reivindicações em formato eletrônico PDF páginas 16 a 22 - Resumo em formato eletrônico PDF página 23	23
DESENHOS.pdf [DOCUMENTO-1.pdf]	Arquivo com conteúdo técnico-patentário da petição - Desenhos em formato eletrônico PDF páginas 1 a 4 [Número de desenhos: 4, Desenho para resumo: 1, Cor dos desenhos: Preto e Branco]	4
RELATORIO.txt [RELATDESCTXT.txt]	Relatório descritivo em formato eletrônico texto	---
REIVINDICAÇÃO.txt [REIVINDTXT.txt]	Reivindicações em formato eletrônico texto	---
RESUMO.txt [RESUMOTXT.txt]	Resumo em formato eletrônico texto	---
GRU e comprovante.pdf [GRU-1.pdf]	Guia de Recolhimento da União (GRU) paga com comprovante de pagamento em formato eletrônico PDF [Código de serviço: 200, Número: 00.000.2.2.13.0658118.9, Nome do sacado: FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA]	2
CNPJ - FUNDAÇÃO OSWALDO.pdf [INDEXADO-1.pdf]	Documento de identificação de pessoa física em formato eletrônico PDF	1

GRU Principal: 00.000.2.2.13.0658118.9 (serviço 200)

ANEXO 3 – CONTEÚDO DO DEPOSITO

OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA

BREVE APRESENTAÇÃO

Trata a presente solicitação de Patente de Invenção de **OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA**, particularmente a invenção se refere à obtenção de pós esferoidizados das famílias de ligas apresentadas, os quais apresentam a particularidade de se apresentarem como pós com formatos regulares, permitindo o uso para obtenção de ligas odontológicas, com vantagens em relação aos pós metálicos obtidos tradicionalmente.

CAMPO DE APLICAÇÃO

Os pós esferoidizados resultantes da presente invenção possuem aplicação particular no segmento odontológico.

ESTADO DA TÉCNICA

O processo mais utilizado nesta técnica é a atomização dos pós metálicos, processo esse que agrega alto custo.

Por outro lado, ligas metálicas à base de Co-Cr-Mo são amplamente difundidas na odontologia devido às suas características de resistência à corrosão, biocompatibilidade e resistência mecânica. O processo usual de fabricação de infraestrutura de próteses dentárias metálicas se baseia na fundição dessas ligas em molde

de gesso que reproduzem as características do dente do paciente, personificando a prótese criada. Mais recentemente, a técnica de prototipagem de próteses por sinterização a laser seletiva, vem sendo identificada como uma alternativa ao processo de fundição com vantagens relacionadas a precisão das próteses confeccionadas além de redução no tempo de fabricação. A matéria-prima base para fabricação de estruturas de próteses por sinterização a laser é o pó metálico quimicamente similar às ligas propostas.

Tecnicamente, o processo de obtenção de pós para criação de ligas odontológicas já é conhecido do estado da arte, porém, sendo a moagem de alta energia conhecida há décadas. Esta técnica cria partículas de tamanhos variados, em tempos muito pequenos, porém tem como dificuldade a morfologia dos pós desenvolvidos, normalmente irregulares.

Por outro lado, pós obtidos por moagem de alta energia possuem granulometria irregular, o que inviabiliza seu uso em processos de sinterização a laser, ou compactação de blocos para pré-sinterização, o que exige controle da distribuição de partículas de um lote e da morfologia das mesmas.

É conhecido do estado da arte o documento BRPI 0705391-6 A2, depositado em 26/10/2007, sob o título de “PREPARAÇÃO DE LIGAS METÁLICAS DE “NÍQUEL-CROMO E COBALTO-CROMO” NA FORMA EM PÓ E/OU GRANULAR PARA PRÓTESE ODONTOLÓGICA”, que descreve uma patente de ligas para prótese dentária na forma de pó e/ou granulada. Descreve o pedido que a mesma é obtida de dois métodos: a) por moagem de alta energia (MAE), utilizando pós elementares ou pré-ligas dos elementos componentes da liga e, b) por preparação da liga por fusão dos componentes e atomização à água, gás inerte ou ar. Os processos descritos

resultam em ligas na forma de pós ou grânulos, sendo as referidas ligas utilizadas em próteses dentárias; para uso em laboratórios de próteses odontológicas, permitindo ao protético utilizar quantidades mais próximas das necessárias em relação ao uso fornecido pela fundição de precisão. Estes processos resultam ligas na forma de pós ou granulados que variam de 0,1 mm até 3 mm, esclarecendo, ainda, que estas variações devem ser ajustadas por alterações nas variáveis de cada processo, moagem de alta energia (MAE) ou atomização.

Outro documento conhecido do estado da técnica é o BRPI 01002077-2 A2, depositado em 18/03/2010, intitulada “BIOMATERIAIS – COMPOSIÇÃO QUÍMICA DE LIGAS METÁLICAS DE CO-CR (COBALTO CROMO) E NI-CR (NIQUEL CROMO) – PARA PRODUÇÃO DE COMPONENTES DE USO EM ORTOPEDIA, NA ODONTOLOGIA, SE ESTENDENDO A DIVERSOS SETORES DA INDÚSTRIA, DENTRE A AUTOMOBILÍSTICA”, que consiste, essencialmente, na composição química de metais elementares para fabricação e produção de ligas metálicas de Co-Cr, sendo a composição química caracterizada por % em peso cobalto 55% a 65%; cromo 22% a 29%; tungstênio 8% a 12%; nióbio 1,4% a 2,0%; vanádio 1% a 1,9%; silício 0,30% a 0,80%; molibdênio 0,75% a 0,90%; ferro 0,45% a 0,60% e titânio e liga de Ni-Cr, cuja composição química consiste em % em peso, cuja base é o níquel, distribuído em (níquel, cromo, molibdênio, titânio, nióbio, alumínio), sendo níquel entre 73,0% a 79,5%, nióbio entre 2,0% a 3,0%, alumínio entre 2,0% a 2,70%, a serem produzidas na forma de pó e/ou granulada em pastilhas cilíndricas, com os seguintes processos de obtenção: a) por preparação da liga pelo processo de atomização a água, gás inerte ou ar, e, b) por fundição de precisão, sendo as ligas metálicas utilizadas em próteses ortopédicas, odontológicas e na indústria automobilística.

DA INVENÇÃO

A proposta da presente invenção é a obtenção, a partir de uma liga de alta pureza produzida por fundição (tarugo), pós com formatos regulares, por moagem e subsequente tratamento de esferoidização superficial das partículas.

A opção por famílias de ligas a base de Co-Cr, Co-Cr-Mo e famílias de ligas a base de Ni-Cr se deve ao fato de que não muito dúcteis, o que se mostra positivo no sentido de reduzir o tamanho das partículas com eficiência por moagem de alta energia.

Para a obtenção dos pós esferoidizados, conforme a presente invenção, algumas etapas são requeridas:

- obtenção de liga metálica das famílias a base de Co-Cr e Co-Cr-Mo, ou Ni-Cr, de alta pureza obtida por fundição convencional, definidas em (%peso);
- criação de cavacos a partir da usinagem desta liga;
- limpeza dos cavacos utilizando decapagem química;
- secagem em estufa, em tempo e temperatura predeterminados;
- moagem de alta energia, preferencialmente em vácuo ou atmosfera inerte;
- separação granulométrica por tamanhos de partículas;
- tratamento térmico de esferoidização utilizando atmosfera inerte (argônio, hélio, etc) ou vácuo, em temperatura e tempo predeterminados;
- fragmentação superficial e separação granulométrica.

Conforme pode ser constatado, a moagem de alta energia já é conhecida do estado da técnica, conforme mostra o documento anterior BRPI 0705391-6 A2 apontado, bem como o processo de obtenção de pós para criação de ligas odontológicas; no entanto, o grande problema, que é sanado pela presente invenção,

reside na granulometria irregular dos grãos. Para tanto, o processo de obtenção desenvolvido nesta invenção possui etapas não presentes nos processos convencionais, além de levar a morfologia irregular das partículas, comum em pós moídos, ser compensada por tratamento térmico de esferoidização da superfície das partículas. Outro aspecto, é que elimina a necessidade de atomização de pós metálicos.

No documento BRPI 01002077-2 A2 são citadas ligas de Co-Cr e de Ni-Cr; no entanto, a obtenção segue, essencialmente, os métodos de a) por preparação da liga pelo processo de atomização a água, gás inerte ou ar, e, b) por fundição de precisão, sendo as ligas metálicas utilizadas em próteses ortopédicas, odontológicas e na indústria automobilística. Estes métodos se diferem totalmente da sequência de obtenção proposta na presente invenção, onde o grande diferencial reside na granulometria regular dos grãos, a sequência de etapas associada ao tratamento térmico de esferoidização.

VANTAGENS DA INVENÇÃO

A OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, objeto desta solicitação de Patente, apresenta, em relação aos meios do estado da técnica, as seguintes vantagens:

- o processo de moagem de alta energia gera alta reatividade do pó devido a criação de estruturas em escalas nanométricas;
- reduz consideravelmente a temperatura final de sinterização do produto final;
- reduz o custo de fabricação dos pós, pois elimina a necessidade de um atomizador de pós metálicos;

- a morfologia irregular das partículas, comum em pós moídos, é compensada por tratamento térmico de esferoidização da superfície das partículas.

DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

A invenção será, a seguir, descrita em todos os seus procedimentos, sendo que, a título meramente ilustrativo, é descrito um procedimento experimental realizado com cavacos da liga Co-Cr-Mo, sendo estas etapas representadas, de forma a elucidar a invenção, de maneira não restritiva, de acordo com as figuras anexas, nas quais estão representadas:

Figura 1: mostra as etapas do processo de obtenção em diagrama de blocos;

Figura 2: apresenta os difratogramas de raios x dos pós moídos em diferentes tempos, de acordo com o procedimento experimental realizado e exemplificado nesta invenção;

Figura 3: mostra o gráfico tamanho de cristalito X tempo de moagem, de acordo com o procedimento experimental da invenção;

Figura 4: mostra a morfologia dos pós obtidos por microscopia eletrônica de varredura em diferentes tempos de moagem.

DESCRIÇÃO DETALHADA

A OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, objeto desta solicitação de Patente de Invenção, se aplica às famílias das ligas a base de Co-Cr, Co-Cr-Mo e famílias das ligas a base de Ni-Cr, as quais possuem, segundo constatado pelo inventor, as características de compatibilidade para receber o processo de obtenção dos pós esferoidizados, dentre elas a ductibilidade.

A invenção consiste nas seguintes etapas:

- (1) obtenção de liga metálica das famílias a base de Co-Cr e Co-Cr-Mo, ou Ni-Cr, de alta pureza obtida por fundição convencional, definidas em (%peso);
- (2) criação de cavacos a partir da usinagem desta liga;
- (3) limpeza dos cavacos utilizando decapagem química;
- (4) secagem em estufa, em tempo e temperatura predeterminados;
- (5) moagem de alta energia, preferencialmente em vácuo ou atmosfera inerte;
- (6) separação granulométrica por tamanhos de partículas;
- (7) tratamento térmico de esferoidização utilizando atmosfera inerte (argônio, hélio, etc) ou vácuo, em temperatura e tempo predeterminados;
- (8) fragmentação superficial e separação granulométrica.

Quantitativamente, as porcentagens dos componentes das ligas definidas na etapa (1) possuem os seguintes valores:

Ligas de Co-Cr e Co-Cr-Mo (% em peso):

- Co: 60 a 80%;

- Cr: 15 a 40%;

- Mo: 0 a 15%;

W: de 0 a 10%;

Ni, Si, Fe, Mn, N, C: 0 a 1%

- Co: balanço das composições:

Liga de Ni-Cr (% em peso):

- Ni: 50 a 90%;

- Cr: 10 a 40%;

- Si, Fe, Mn, N, C: 0 a 2%.

A etapa (1) consiste na obtenção de liga metálica de Co-Cr-Mo de alta pureza obtida por fundição convencional, ou seja, diferentes composições contendo Co-Cr e podendo ou não conter Mo (observar que a sua aplicação qualitativa começa em zero); ou ainda uma liga a base de Ni-Cr. Cabe aqui salientar que as ligas Co-Cr possuem fragilidade parcial o que viabiliza a sua moagem mecânica sem deformações plásticas severas, de modo a garantir a eficiência de moagem.

Tecnicamente, o material base empregado como fonte para a obtenção dos pós esferoidizados pode incluir, também, metais puros, além dos cavacos provenientes de ligas fundidas (conforme descrito).

A etapa (2) consiste na criação de cavacos a partir da usinagem da liga da etapa anterior, o que é feito preferencialmente por usinagem, como: torneamento, furação, fresagem, etc. Preferencialmente, são cavacos de diferentes formas, e possuam tamanho de partículas abaixo de 1,0 mm, com o objetivo de melhorar o desempenho da moagem, não se descartando o uso de partículas maiores.

A etapa (3) consiste na limpeza dos cavacos mediante uso de decapagem química, fazendo uso de solução que elimine possíveis lubrificantes de corte de usinagem, graxa ou quaisquer resíduos gerados durante a usinagem.

A etapa (4) consiste na secagem em estufa do material da etapa anterior, em temperaturas que variam entre 60 e 120° C, e intervalos de tempo variáveis entre 1 (uma) e 24 (vinte e quatro) horas.

A etapa (5) consiste na moagem de alta energia, a qual é realizada preferencialmente em vácuo ou atmosfera inerte, visando reduzir consideravelmente o tamanho e forma das partículas, em tamanhos variados entre 0,05 µm e 250 µm. A moagem de alta energia foi selecionada por gerar fragmentação muito rápida, em

questão de minutos. O moinho deste tipo de moagem é preferencialmente planetário; no entanto, são viabilizados outros tipos de moagem que resultem em fragmentação de partículas em tempos reduzidos, sendo importante lembrar que os meios moedores devem ser biocompatíveis para evitar possíveis contaminações, podendo ser do tipo esferas, rolos cilíndricos, que não sofram desgaste durante a fragmentação. Os tempos de moagem de alta energia variam preferencialmente entre 1 minuto a 240 minutos, podendo se estender entre 1 minuto e 6 (seis) horas. O fato de a moagem de alta energia ser realizada em atmosfera ao ar, atmosfera inerte ou vácuo tem por objetivo evitar a oxidação da liga.

A etapa (6) consiste na separação granulométrica por tamanhos de partículas, utilizando conjunto de peneiras de diferentes malhas, de acordo com a aplicação final.

A etapa (7) consiste na no tratamento térmico de esferoidização utilizando atmosfera inerte (argônio, hélio, etc) ou vácuo em temperaturas entre 600° e 1500° C, em intervalos de tempo variáveis entre 1 (um) minuto e 12 (doze) horas, visando a esferoidização superficial, devido a maior difusão superficial das partículas; as partículas geradas possuem tamanho preferencial entre 0,1µm e 10µm.

A etapa (8) consiste na fragmentação superficial e separação granulométrica, mediante uso de sistema vibratório com peneiras de diferentes malhas.

O pó resultante da invenção poderá ser utilizado na obtenção de blocos pré-sinterizados para aplicação na técnica CAD/CAM, sempre com o tratamento térmico de esferoidização.

EXEMPLO DE REALIZAÇÃO DA INVENÇÃO

A descrição a seguir relata um procedimento experimental, cuja exemplificação se refere a uma das maneiras de realização da invenção, com apresentação de resultados e conclusão:

Materiais e Métodos

As matérias-primas utilizadas forma cavacos da liga Co-Cr-Mo norma ASTM F-1537, utilizada em aplicações médicas e odontológicas. A composição química global dessas ligas é apresentada na Tabela 1:

Componente	Liga ASTM F-1537	
	% em peso	
	Min	Máx
Cr	26	30
Mo	6	7
W		
Ni	--	1
Si	--	1
Fe	--	0.75
Mn	--	1
N	--	0,25
C	--	0,14
Co	Balanço p/ 100%	Balanço p/100%

Moagem de Alta Energia

Os cavacos de Co-Cr-Mo foram moídos em moinho/misturador de alta energia modelo "Fritsch Pulverisette P-5" utilizando os seguintes parâmetros de processo:

- vasos de carbeto de tungstênio - Co, (225 ml) e esferas também desse material, com 10 mm de diâmetro;
- velocidade de rotação de 200rpm;
- relação de massas de esferas para massa de pó de 6:1.

Jarros e esferas de moagem de WC-Co foram utilizados devido à alta dureza e resistência ao desgaste desses materiais. Essas propriedades reduzem a possibilidade

de contaminação dos pós estudados, a qual poderia alterar as propriedades pretendidas dos produtos finais.

Os pós pré-misturados foram inseridos no recipiente de moagem e devidamente acondicionados em uma “glove-box” sob a presença de atmosfera inerte de argônio. O manuseio desse material dentro da “glove-box” permite a preparação dos pós moídos com reduzida quantidade de impurezas superficiais. Para este trabalho foi utilizado o procedimento de curtos descansos a cada 20 minutos de moagem com subsequente inversão no sentido de rotação do moinho, para descanso do motor do equipamento. Este procedimento visa ainda uma melhor homogeneização das amostras, dificultando a possibilidade da criação de “rotas” para as esferas, o que, caso ocorrido, localizaria os choques apenas em algumas regiões do material.

Caracterização dos pós moídos

As matérias-primas, chamadas de pós de partida, tiveram seus difratogramas obtidos, utilizando difratômetro de raios X “Shimadzu XRD6000”, com raios X de radiação Cu-K α , com filtro de Ni, tensão de 40 kV, corrente de 30 MA, varredura entre 10° e 85°, e aplicando-se passo angular de 0,05° com 2s de contagem por ponto. Esses parâmetros são suficientes para precisão na detecção de alterações estruturais no material analisado. Os picos cristalinos presentes nos pós foram comparados com microfichas do arquivo atualizado do padrão cristalográfico JCPDS [JCPDS 2010].

A partir das análises obtidas por difratometria de raios X foi possível extrair os tamanhos de cristalitos, os parâmetros de rede e os níveis de deformação referentes aos pós de partida. Essas informações foram determinadas utilizando o software livre “PowderCell” usando as informações cristalográficas compiladas por [Pearson e Calvert 1991], pelo método de refinamento de estruturas cristalinas de *Rietveld*.

Foram realizados cálculos de tamanhos de cristalitos dos metais puros e após moagem desses mesmos pós, na relação esfera-pó de moagem 6:1 nos tempos: 15 min, 30, 45, 60, 105 e 120 minutos, extraindo dados pelo programa “Microcal Origin”, através da equação de *Scherrer*, que é a mesma equação utilizada pelo programa

“PowderCell”:

$$G = \frac{0,9\lambda}{B(2\theta)\cos(\theta)}$$

Onde G = tamanho de cristalito (A);

λ = comprimento de onda dos raios-X utilizado pelo difratometro (θ);

B(2 θ) = largura a meia altura extraída do pico no difratograma (radianos);

cos θ = cosseno do angulo do pico calculado.

Nesses cálculos, foi levada também em consideração a contribuição instrumental do equipamento através da equação:

$$(B(2\theta)_{total})^2 = (B(2\theta)_{amostra})^2 + (B(2\theta)_{instrumental})^2$$

Onde :

(B(2 θ)_{total}) = largura à meia altura encontrada no difratograma (radianos);

(B(2 θ)_{amostra}) = largura à meia altura real da amostra a ser utilizada equação de Scherrer (radianos);

(B(2 θ)_{instrumental}) = largura à meia altura provida de interferência do instrumento (no caso: 0,0026 radianos).

Os aspectos morfológicos dos pós de partida e dos pós moídos, foram observados por microscopia eletrônica de varredura, em microscópio eletrônico modelo “HITACHI T3000”.

Resultados e Discussão

A figura 2 apresenta os difratogramas de raios X dos pós moídos em diferentes tempos. Através da observação dos picos da fase Co, verifica-se que Mo e Cr estão em solução sólida com este metal. Os aspectos dos difratogramas indicam uma redução na intensidade dos picos de Co, em função do aumento do tempo de moagem. Este comportamento indica que há fragmentação severa dos pós e se baseia consideração de que esta liga metálica apresenta níveis de fragilidade

O calculo do tamanho do cristalito em função do tempo, é apresentado na figura 3 e corrobora com esta informação. Em 120 minutos de moagem, o tamanho do cristalito reduz em cerca de 13nm para o cavaco, 6nm após 120 minutos para 50% reduzido.

Na mencionada Figura 3 observa-se significativa diferença entre o cavaco original (sem moagem) e os aglomerados moídos formados após 120 minutos. A tendência de aglomeração das nanoparticulas é verificada em todas as condições de moagem.

Conclusão

O processo de moagem de alta energia se mostra, portanto, eficiente para liga Co- Cr- Mo. Os cavacos metálicos sofreram redução do tamanho de partícula, com respectiva redução do tamanho do cristalito da ordem de 50% em 120 minutos de moagem. Considerando o estudo preliminar com vista à utilização deste pó em sinterização a laser seletiva, o processo de moagem permite a aglomeração esferoidizada das partículas com redução de seu tamanho médio, o que pode ser constatado na Figura 4.

1) **OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, CARACTERIZADO POR** se aplicar às famílias das ligas a base de Co-Cr, Co-Cr-Mo e famílias das ligas a base de Ni-Cr, por possuírem características de compatibilidade para receber o processo de obtenção dos pós esferoidizados; composto pelas seguintes etapas:

- (1) obtenção de liga metálica das famílias a base de Co-Cr e Co-Cr-Mo, ou Ni-Cr, de alta pureza obtida por fundição convencional, definidas em (%peso);
- (2) criação de cavacos a partir da usinagem desta liga;
- (3) limpeza dos cavacos;
- (4) secagem em estufa, em tempo e temperatura predeterminados;
- (5) moagem de alta energia, preferencialmente em vácuo ou atmosfera inerte;
- (6) separação granulométrica por tamanhos de partículas;
- (7) tratamento térmico de esferoidização utilizando atmosfera inerte ou vácuo, em temperatura e tempo predeterminados;
- (8) fragmentação superficial e separação granulométrica.

2) **OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA,** de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO POR**, opcionalmente, serem utilizadas fontes de metais puros.

3) OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, de acordo com a reivindicação 1, CARACTERIZADO POR o processo de limpeza dos cavacos ser preferencialmente por decação química.

4) OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, de acordo com a reivindicação 1, CARACTERIZADO POR as porcentagens da ligas de Co-Cr e Co-Cr-Mo (% em peso), serem preferencialmente:

- Co: 60 a 80%;
- Cr: 15 a 40%;
- Mo: 0 a 15%;
- W: de 0 a 10%;
- Ni, Si, Fe, Mn, N, C: 0 a 1%
- Co: balanço das composições.

5) OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, de acordo com a reivindicação 1, CARACTERIZADO POR as porcentagens da liga de Ni-Cr (% em peso) ser preferencialmente:

- Ni: 50 a 90%;
- Cr: 10 a 40%;
- Si, Fe, Mn, N, C: 0 a 2%.

6) OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADO POR** a etapa (1) consistir na obtenção de liga metálica de Co-Cr-Mo de alta pureza obtida por fundição convencional, ou seja, diferentes composições contendo Co-Cr e podendo ou não conter Mo; ou ainda uma liga a base de Ni-Cr.

7) OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADO POR** a etapa (2) consistir na criação de cavacos a partir da usinagem de uma das ligas.

8) OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, de acordo com as reivindicações 1 ou 8, **CHARACTERIZADO POR** obtenção de cavacos de diferentes formas, e tamanho de partículas abaixo de 1,0 mm.

9) OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADO POR** a etapa (3) consistir na limpeza dos cavacos mediante uso de decapagem química, fazendo uso de solução que elimine possíveis lubrificantes de corte de usinagem, graxa ou resíduos gerados durante a usinagem.

10) **OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA**, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADO POR** a etapa (4) consistir na secagem em estufa do material, em temperaturas que variam entre 60 e 120° C, e intervalos de tempo variáveis entre 1 (uma) e 24 (vinte e quatro) horas.

11) **OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA**, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADO POR** a etapa (5) consistir na moagem de alta energia, a qual é realizada preferencialmente em vácuo ou atmosfera inerte, visando reduzir consideravelmente o tamanho e forma das partículas, em tamanhos variados entre 0,05 µm e 250 µm.

12) **OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA**, de acordo com as reivindicações 1 ou 11, **CHARACTERIZADO POR** a moagem resultar em fragmentação de partículas em tempos reduzidos, sendo os meios moedores biocompatíveis, preferencialmente do tipo planetário.

13) **OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA**, de acordo com as reivindicações 1 ou 12, **CHARACTERIZADO POR** o dispositivo moedor ser

opcionalmente tipo esferas, rolos cilíndricos, que não sofram desgaste durante a fragmentação.

14) OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, de acordo com as reivindicações 1 ou 11, **CARACTERIZADO POR** os tempos de moagem de alta energia variarem preferencialmente entre 1 minuto a 240 minutos, podendo se estender entre 1 minuto e 6 (seis) horas.

15) OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO POR** a etapa (6) consistir na separação granulométrica por tamanhos de partículas, utilizando conjunto de peneiras de diferentes malhas, de acordo com a aplicação final.

16) OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO POR** a etapa (7) consistir na no tratamento térmico de esferoidização utilizando atmosfera inerte ou vácuo, em temperaturas entre 600° e 1500° C, em intervalos de tempo variáveis entre 1 (um) minuto e 12 (doze) horas, visando a esferoidização superficial, devido a maior difusão superficial das partículas.

17) OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, de acordo com as

reivindicações 1 ou 16, **CHARACTERIZADO POR** as partículas geradas possuem tamanho preferencial entre 0,1µm e 10µm.

18) **OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA**, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADO POR** a etapa (8) consistir na fragmentação superficial e separação granulométrica, mediante uso de sistema vibratório com peneiras de diferentes malhas.

19) **OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA**, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADO POR** os pós resultantes apresentarem formatos regulares, permitindo o uso para obtenção de ligas odontológicas.

20) **OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA**, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADO POR** o pó resultante da poder ser utilizado na obtenção de blocos pré-sinterizados para aplicação na técnica CAD/CAM, sempre com o tratamento térmico de esferoidização.

RESUMO

OBTENÇÃO DE PÓS ESFEROIDIZADOS DAS FAMÍLIAS DE LIGAS A BASE DE Co-Cr, Co-Cr-Mo e Ni-Cr, PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA, OBTIDOS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA, particularmente a invenção se refere à obtenção de pós esferoidizados das famílias de ligas apresentadas, os quais apresentam a particularidade de se apresentarem como pós com formatos regulares, permitindo o uso para obtenção de ligas odontológicas, com vantagens em relação aos pós metálicos obtidos tradicionalmente. A invenção consiste nas seguintes etapas:

- (1) obtenção de liga metálica das famílias a base de Co-Cr e Co-Cr-Mo, ou Ni-Cr, de alta pureza obtida por fundição convencional, definidas em (%peso);
- (2) criação de cavacos a partir da usinagem desta liga;
- (3) limpeza dos cavacos;
- (4) secagem em estufa, em tempo e temperatura predeterminados;
- (5) moagem de alta energia, preferencialmente em vácuo ou atmosfera inerte;
- (6) separação granulométrica por tamanhos de partículas;
- (7) tratamento térmico de esferoidização utilizando atmosfera inerte ou vácuo, em temperatura e tempo predeterminados;
- (8) fragmentação superficial e separação granulométrica.

FIGURA 1

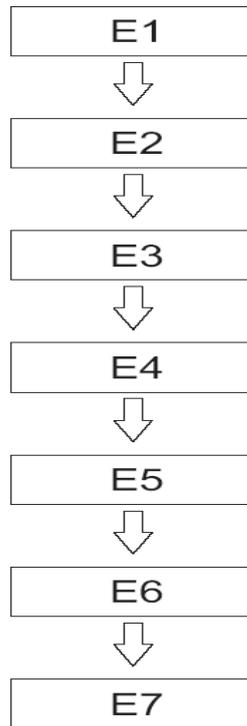


FIGURA 2

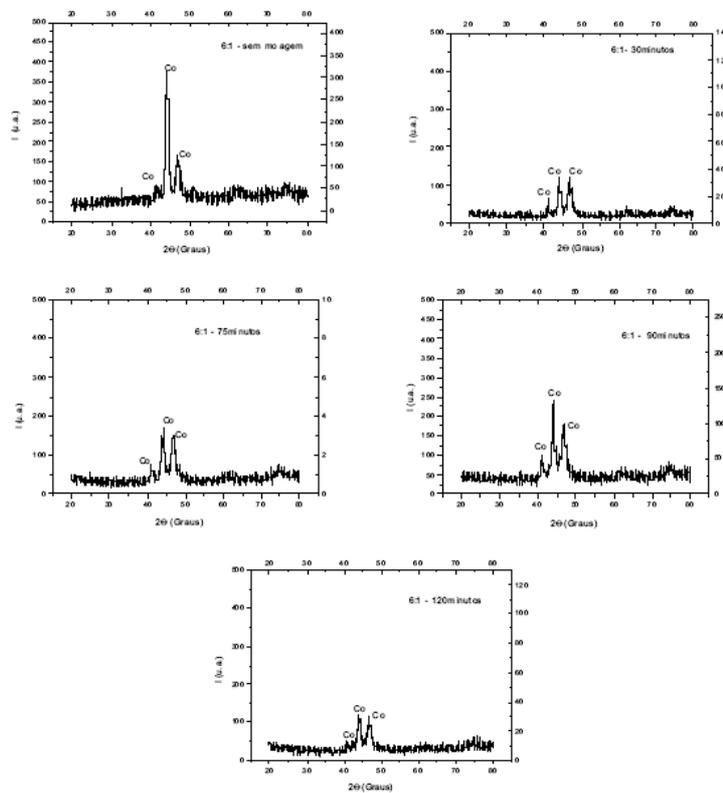


FIGURA 3

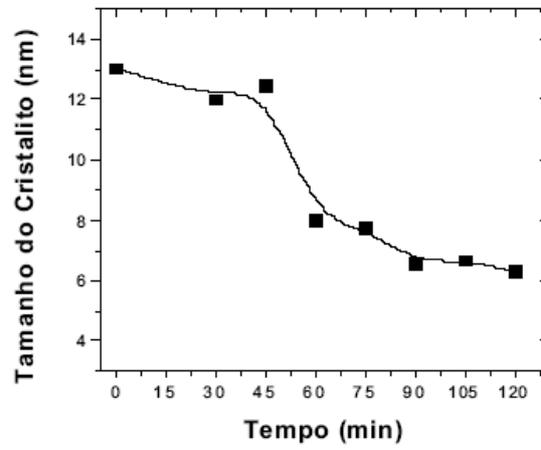
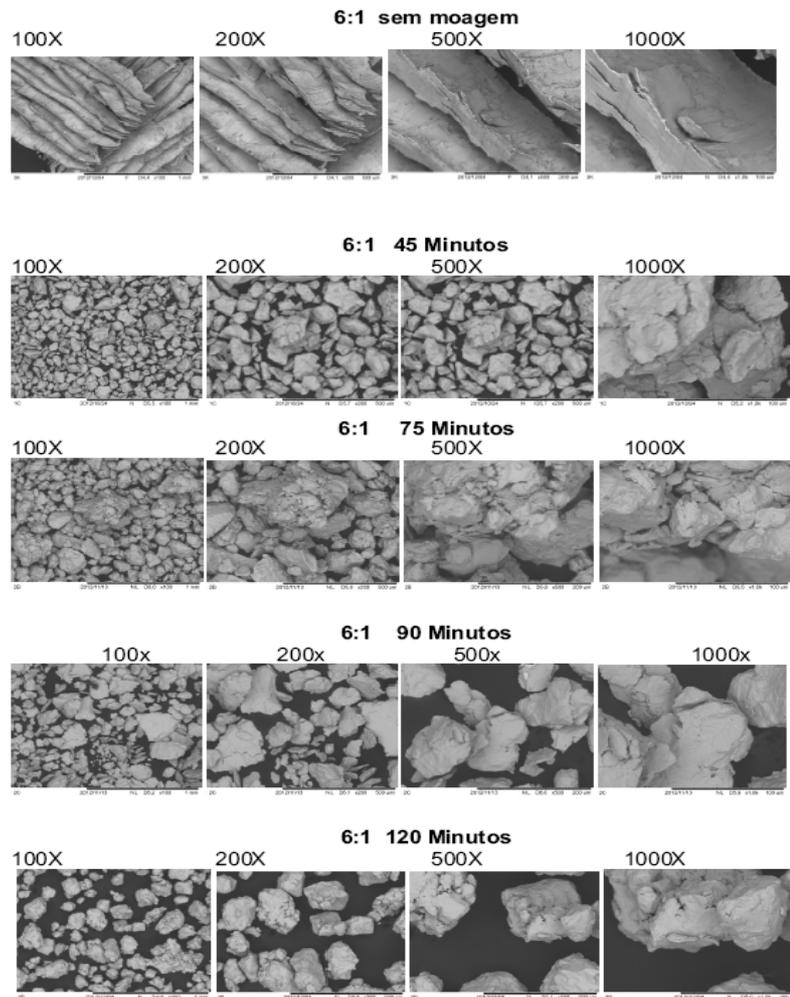


FIGURA 4



ANEXO 4 – ANÁLISE PRELIMINAR DE VIABILIDADE FINANCEIRA DO PRODUTO

- Custo da matéria-prima importada: 3000,00 por Kg

- Investimento inicial

Moinho	= R\$80.000,00
Glove-box	= R\$50.000,00
Instalações	= R\$5.000,00
Testes / Registro na Anvisa	= R\$35.000,00
Desp. Manutenção	= R\$15.000,00
TOTAL	= R\$230.000,00

- Custo com Matéria-prima

Liga fundida	= R\$300,00/Kg
Custo de Torneamento	= R\$15,00/Kg
Custo com Decapagem	= R\$5,00/Kg
Consumo de energia	= R\$10,00/Kg
Embalagem / Estoque	= R\$15,00/Kg
Mão de obra = R\$3500,00/mês	= R\$140,00/Kg
Aluguel Local = R\$1500,00/mês	= R\$60,00/Kg
Consumo de Argônio = R\$600,00/mês	= R\$24,00Kg
TOTAL	= R\$570,00/Kg
Aproximadamente	= R\$600,00/Kg

Tempo de cada ciclo de moagem	120min	= 10h/dia
Ciclo de moagem produtividade	100g/h	= 1Kg/dia

Custo material importado	= R\$3.000,00/Kg
Custo material produzido	= R\$600,00/Kg
Superávit operacional / Kg	= R\$2.400,00/Kg

Base de Calculo:

Venda total de produção mensal = 25Kg / mês

Preço de Venda de produto = R\$2.000,00

(-) Taxa e imposto (R\$400,00) = 200 – (600,00+400,00) = R\$1.000,00

Considerando 25Kg/mês de demanda:

$$\begin{aligned}\text{Lucro Mensal} &= 25 \times 1.000,00 \\ &= \text{R\$}25.000,00\end{aligned}$$

Investimento

$$\text{Inicial} = \underline{\text{R\$}230.000,00}$$

Lucro mensal

$$(\text{p}/25\text{Kg rende}) = \underline{\text{R\$}25.000,00}$$

Resultado do
Investimento

= Investimento
pago em 9,2 Meses