



**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
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 / RJ
2014**

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

DEPOSITO DE PATENTE BR10 2013 0234192

LIGA BASE DE Co-Cr-Mo

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

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

Aluno:

Isaac Vinicius Feliciano Suhett

Orientador:

Professor Doutor Claudinei dos Santos

**VOLTA REDONDA
2014**

DEPOSITO DE PATENTE REALIZADO EM 2013

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

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 possuem 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 carbetto 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, extraíndo 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 nanopartículas 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.

REIVINDICAÇÕES

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, **CHARACTERIZADO 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 decapagem 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 possuírem 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

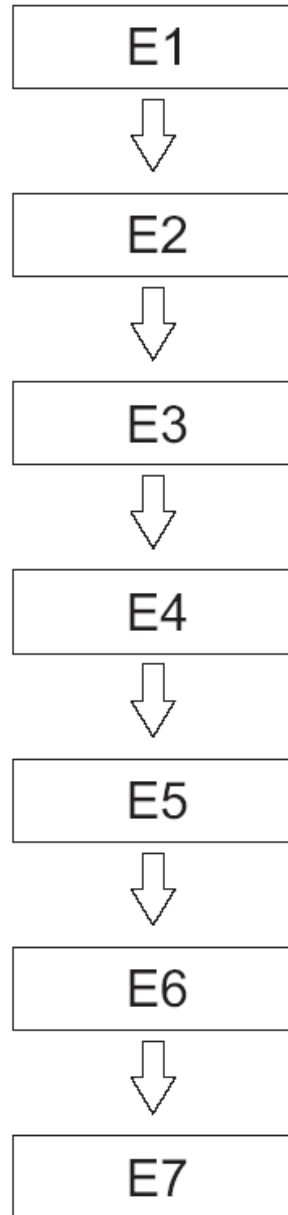


FIGURA 2

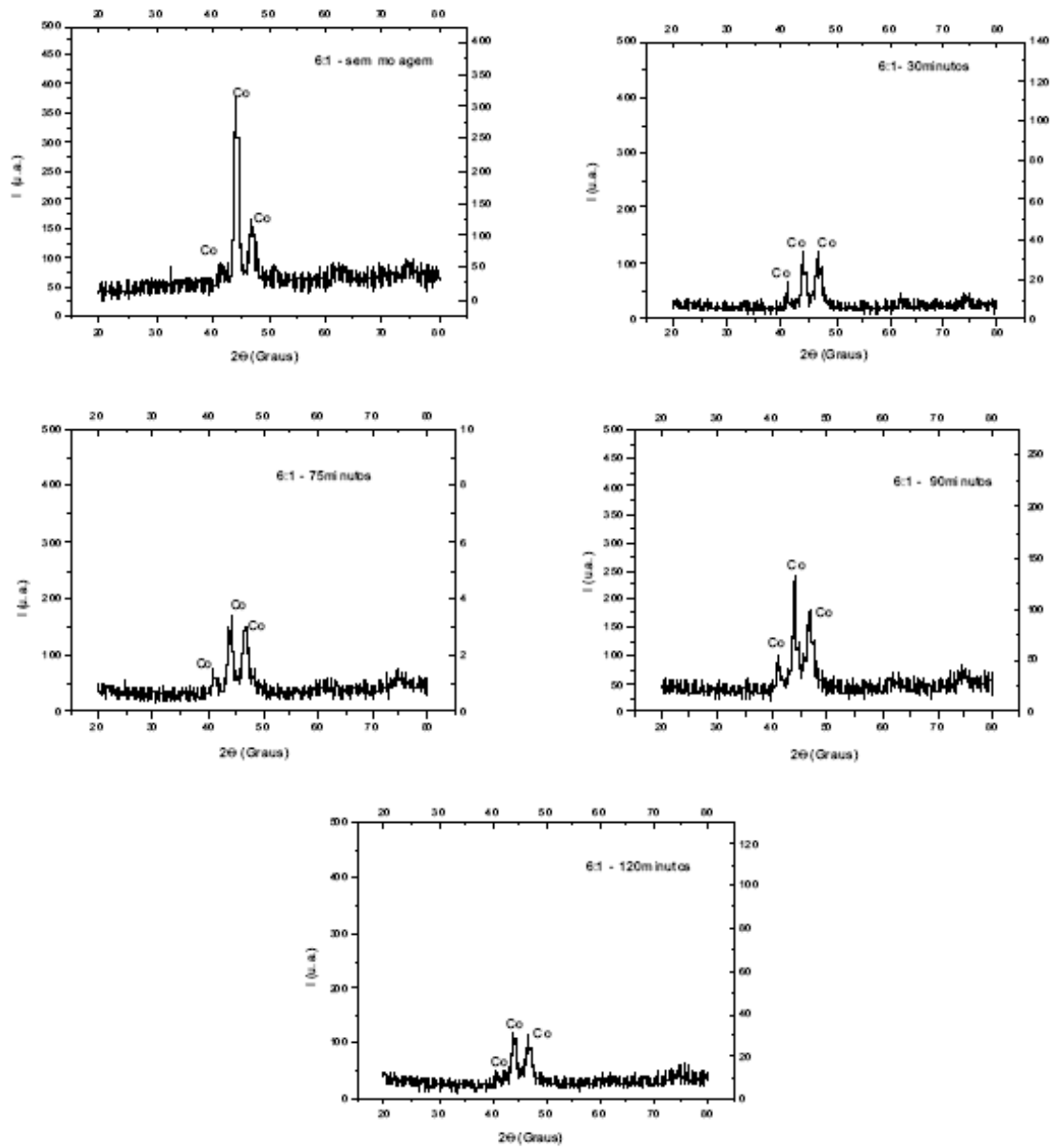


FIGURA 3

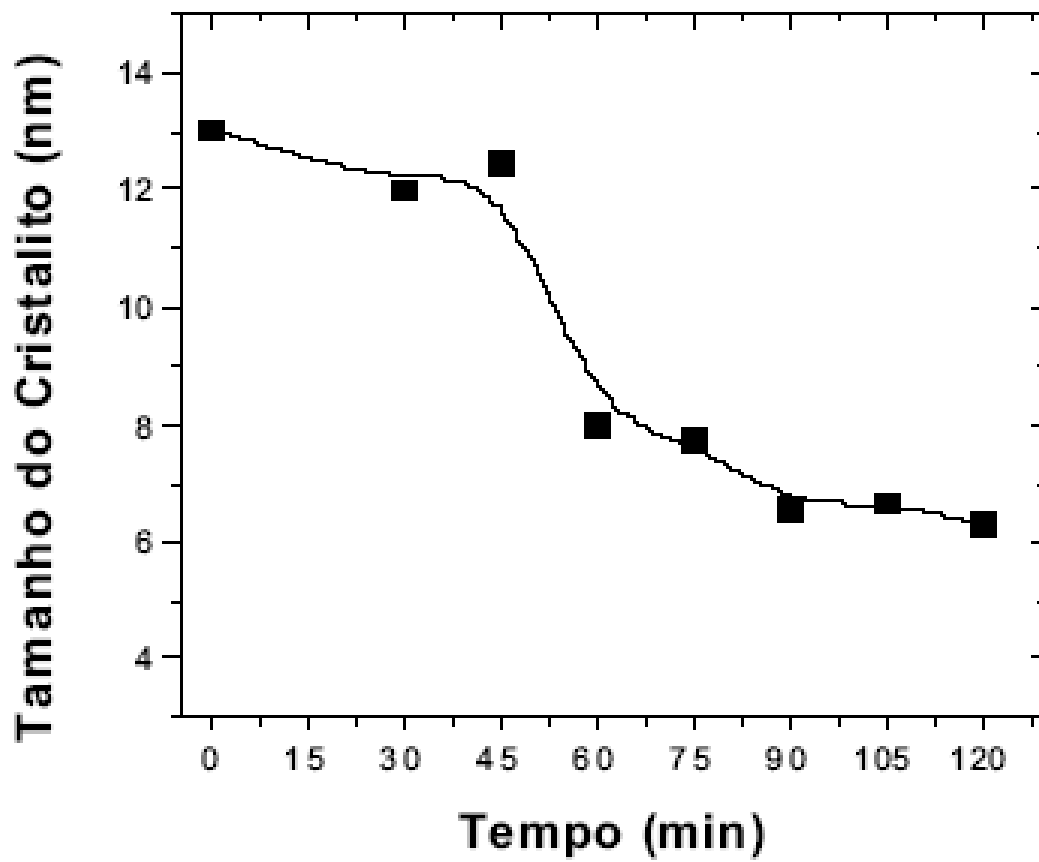


FIGURA 4

