

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

**RODRIGO XAVIER DE FREITAS**

**OBTENÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS DE ZIRCÔNIA TETRAGONAL  
COM VARIAÇÃO DE TONALIDADES PARA OTIMIZAÇÃO DA  
ESTÉTICA EM PRÓTESES ODONTOLÓGICAS**

**VOLTA REDONDA  
2014**

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

**OBTENÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS DE ZIRCÔNIA TETRAGONAL  
COM VARIAÇÃO DE TONALIDADES PARA OTIMIZAÇÃO DA  
ESTÉTICA EM PRÓTESES ODONTOLÓGICAS**

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, sob a orientação do prof. Dr. Claudinei dos Santos, na área de concentração de processamentos e caracterização de materiais, linha de pesquisa de materiais cerâmicos.

Aluno:  
Rodrigo Xavier de Freitas

Orientador:  
Prof. Dr. Claudinei dos Santos

**VOLTA REDONDA  
2014**

**FICHA CATALOGRÁFICA**

Bibliotecária: Alice Tação Wagner - CRB 7/RJ 4316

F862o Freitas, Rodrigo Xavier de.  
Obtenção de blocos de Zircônia Tetragonal com variação de tonalidades para otimização da estética em próteses odontológicas. / Rodrigo Xavier de Freitas. - Volta Redonda: UniFOA, 2014.

76 p. : Il

Orientador(a): Claudinei dos Santos

Dissertação (Mestrado) – UniFOA / Mestrado Profissional em Materiais, 2014.

1. Prótese dentária - dissertação. 2. Cerâmica dentária. I. Santos, Claudinei dos. II. Centro Universitário de Volta Redonda. III. Título.

CDD – 617.692

**FOLHA DE APROVAÇÃO**

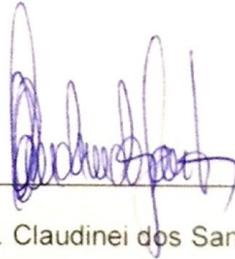
**Aluno: Rodrigo Xavier de Freitas**

**OBTENÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS DE ZICÔNIA TETRAGONAL COM  
VARIÇÃO DE TONALIDADES PARA OTIMIZAÇÃO DA ESTÉTICA EM PROTESES  
ODONTOLÓGICAS**

Orientador:

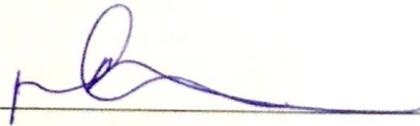
Prof. Dr. Claudinei dos Santos

Banca Examinadora



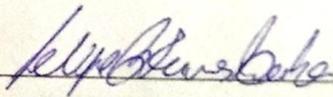
---

Proa. Dr. Claudinei dos Santos



---

Profa. Dra. Daniella Regina Mulinari



---

Prof. Dr. Felipe Antunes Santos

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus, a meus irmãos e amigos ao meu orientador Prof. Claudinei e a minha esposa Fernanda.

## RESUMO

Na odontologia sistemas cerâmicos metal “free”, foram introduzidos com o objetivo de melhorar as propriedades ópticas das restaurações dentárias, tornando-as mais semelhantes à estrutura dental natural, frente às tradicionais restaurações de sistemas metalocerâmicos. Sistemas a base de zircônia tetragonal  $ZrO_2 \cdot Y_2O_3$ , tem sido utilizado para confecção de próteses odontológicas por serem biocompatíveis e apresentarem propriedades mecânicas e ópticas satisfatórias. Atualmente blocos de zircônia tetragonal são comercializados com apenas uma tonalidade, o que dificulta a obtenção de resultados de alta performance estética, devido as características policromáticas da estrutura dental natural. Este trabalho propõe a obtenção de blocos de zircônia tetragonal com variações de tonalidades que possibilitaria a confecção de próteses cerâmicas com melhores resultados estéticos e em menor tempo. Blocos cerâmicos de zircônia com duas cores distintas foram confeccionados e caracterizados quanto às propriedades físicas e sua resistência mecânica e submetidos a aplicação de cerâmica de cobertura, demonstrando melhores resultados estéticos com menor número de queimas de cerâmica. Cerâmicas com densidade relativa superior a 99% foram obtidas sinterizando os materiais a  $1530^{\circ}C-120min$ . As propriedades mecânicas avaliadas indicaram dureza superior a 1380 HV e tenacidade a fratura de  $7 MPa \cdot m^{1/2}$ . As caracterizações realizadas permitem identificar boa aderência entre as regiões do material sinterizado.

Palavras-chave: cerâmicas dentárias,  $ZrO_2 \cdot Y_2O_3$ , prototipagem CAD/CAM.

## ABSTRACT

In dentistry, metal-free ceramic systems have been introduced with the aim of improving the optical properties of dental restorations, making them more similar to natural tooth structure, compared to traditional restorations. Systems based tetragonal zirconia  $ZrO_2$ - $Y_2O_3$ , have been used for the production of dental prostheses to be biocompatible and present satisfactory mechanical and optical properties. Currently tetragonal zirconia blocks are sold with just a tint, making it difficult to obtain results of high aesthetic performance, because the polychromatic characteristics of natural tooth structure. This study proposes to obtain blocks of tetragonal zirconia with varying shades that enable the manufacture of ceramic prostheses with better cosmetic results and in less time. Zirconia ceramic blocks with two different colors were fabricated and characterized for their mechanical and physical properties and submitted the application of ceramic covering strength, demonstrating better aesthetic results with fewer closeouts ceramic. Ceramics with relative density higher than 99% were obtained by sintering the materials to  $1530^{\circ}C$ -120min. The evaluated mechanical properties indicated higher hardness 1380HV and fracture toughness near to  $7MPa.m^{1/2}$ . Identifying the characterizations made good adhesion between regions of the sintered material.

Keywords: dental ceramics,  $ZrO_2$ - $Y_2O_3$ , prototyping, CAD/CAM.

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>12</b>
1.1 Objetivo e Justificativa .....	14
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>15</b>
2.1. Materiais cerâmicos à base de zircônia – ZrO <sub>2</sub> .....	15
2.2. Zircônia na Odontologia .....	18
2.3 Sinterização .....	20
2.4. Aplicação de cor na zircônia .....	27
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>29</b>
3.1 Sinterização dos corpos de prova .....	31
3.2 Caracterizações dos corpos-de-prova .....	31
3.2.1. Blocos pré-sinterizados.....	31
3.2.2. Amostras Sinterizadas .....	32
3.2.2.1 Densidade Relativa.....	32
3.2.2.2 Difração de raios X .....	33
3.2.2.3 Preparação Ceramográfica.....	34
3.2.2.4 Análise Microestrutural .....	34
3.3 Ensaio mecânicos .....	35
3.3.1. Dureza Vickers (HV) .....	35
3.3.2 Tenacidade à Fratura (K <sub>IC</sub> ) .....	37
3.4 Confeções de próteses por usinagem CAD/CAM .....	38
3.5 Testes de usinagem CAD/CAM .....	42
3.5.1 Sinterização dos elementos dentários usinados .....	44
3.5.2 Análise comparativa das próteses sinterizadas .....	44
3.6 Aplicação de cerâmica de cobertura .....	45
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	<b>50</b>
4.1. Caracterização dos blocos pré-sinterizados .....	50
4.1.1. Densidade relativa à verde .....	50
4.1.2. Difração de raios X .....	51
4.1.3. Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) .....	52

4.2. Caracterização dos blocos sinterizados .....	53
4.2.1. Fotos dos corpos-de-prova .....	53
4.2.2. Densidade Relativa .....	54
4.2.3. Difração de raios X .....	54
4.2.4. Microestrutura .....	55
4.2.5 Propriedades Mecânicas .....	57
4.2.5.1. Dureza Vickers e Tenacidade a Fratura .....	57
4.3 Confecção de próteses por usinagem CAD/CAM .....	58
<b>5. CONCLUSÕES .....</b>	<b>62</b>
<b>6. REFERÊNCIAS .....</b>	<b>63</b>
<b>7. ANEXOS .....</b>	<b>67</b>
Anexo 1- Fluxograma da sequência de aplicação para infra estrutura bicolor.....	67
Anexo 2 - Sequência de aplicação de porcelanas nos substratos de zircônia.....	68
Anexo 3 – Depósito de patente do produto .....	75

## LISTA DE TABELA

Tabela 1 - Mecanismos de Transporte de Material Durante o Crescimento do Pescoço, na a Sinterização via Fase Sólida. ....	26
Tabela 2 - Características dos blocos bicolores de zircônia (dados do fornecedor).....	29
Tabela 3 - Parâmetros de queima utilizados neste trabalho (recomendação do fabricante). ....	49
Tabela 4 - Densidade relativa das amostras sinterizadas. ....	54
Tabela 5 - Propriedades Mecânicas das amostras sinterizadas em diferentes regiões.	57

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Formas polimórficas da zircônia sob pressão atmosférica [14].	17
Figura 2: Modelo de duas esferas para estudo da sinterização em fase sólida: a) estágio inicial – mecanismo de transporte de massa na evaporação condensação; b) estágio final – formação de pescoço entre as duas esferas. (Níquel sinterizado a 1030°C, por 30 minutos) [25].	21
Figura 3: Variação da porosidade e conseqüente retração, durante o processo de sinterização no estado sólido [25].	22
Figura 4: Estágios da sinterização por fase sólida [26]	23
Figura 5: Mecanismos de transporte de massa durante a sinterização sólida [28].	25
Figura 6: Fluxograma de atividades relacionadas ao trabalho de dissertação.	30
Figura 7: Representação esquemática das regiões submetidas a medidas de dureza Vickers.	36
Figura 8: Indentações aceitáveis (a) e inaceitáveis (b), norma ASTM C 1327-03 [35].	37
Figura 9: Scanner 3s Implant utilizado neste trabalho.	39
Figura 10: Design CAD da infra estrutura de 03 elementos.	40
Figura 11: Modelo de criação de elemento dentário no software do equipamento CAD/CAM VIPI Mini.	41
Figura 12: Detalhe dos Blocos pré-sinterizado bicamada de dimensão 98x16mm, em processo de usinagem e casquete usinado.	42
Figura 13: (a) Modelo de bloco de ZrO <sub>2</sub> comercial, (b) Estrutura de sistema Cerec In Lab, de usinagem computadorizada de próteses dentárias (Cerec InLab®).	43
Figura 14: Prótese sinterizada cortada transversalmente, com representação esquemática das regiões submetidas ao ensaio de dureza Vickers.	45
Figura 15: Sistema Emax de cerâmica de recobrimento utilizado neste trabalho.	46
Figura 16: Forno de sinterização de cerâmica Ivoclar- EP 3000.	46
Figura 17: Amostra monocromática após quarta queima evidenciando o halo opaco na região cervical.	48
Figura 18: Blocos pré-sinterizado bicamada de dimensão 40x15x15mm, conforme recebido.	50

Figura 19: Difratoograma de raios X dos blocos pré-sinterizados monocromático e bicolor.....	51
Figura 20: Micrografias obtida por MEV, de superfície de fratura do bloco bicamada pré-sinterizado.....	52
Figura 21: Imagem representativa de corpo de prova cilíndrico após sinterização com destaque para diferença de coloração entre as regiões.....	53
Figura 22: Difratoograma de raios X de amostras sinterizadas a 1530OC-120min . a) amostra monocromática; b) amostra bicolor. ....	55
Figura 23: Micrografias representativas de diferentes regiões das amostras sinterizada1530OC-120min.....	56
Figura 24: Imagem das infraestruturas após a sinterização.....	58

## LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1: Cálculo de massa específica.....	34
Equação 2: Cálculo de massa específica das amostras.....	34
Equação 3: Cálculo de massa específica da água.....	35
Equação 4: Cálculo de densidade relativa.....	35
Equação 5: Cálculo de fração volumétrica.....	36
Equação 6: Cálculo de fração volumétrica.....	36
Equação 7: Cálculo da dureza Vickers.....	39
Equação 8: Cálculo de tenacidade a fratura.....	40
Equação 9: Cálculo de tensão residual entre dois materiais.....	63

## 1. INTRODUÇÃO

A busca crescente de pacientes por estética e opções de tratamentos restauradores ametálicos tem conduzido à procura por alternativas para a reconstrução dentária, por meio de restaurações que simulem as características de um dente natural. Atualmente, as cerâmicas dentárias, apresentam-se como um dos principais materiais na ciência e arte da reconstrução dentária. As cerâmicas contêm diversas características favoráveis incluindo-se a biocompatibilidade, baixa condutividade e difusividade térmica e elétrica, elevada resistência a compressão e interação de reflexão óptica mais elaborada, que resulta em aparência mais natural do material restaurador [1].

Avanços recentes na tecnologia das cerâmicas puras têm alargado e difundido o seu uso [2]. Modificações microestruturais das cerâmicas vêm sendo realizadas para melhorarem suas propriedades mecânicas, porém estas modificações acarretam em diminuição significativa na translucidez, com conseqüente empobrecimento das qualidades ópticas das cerâmicas [3].

As cerâmicas a base de zircônia tetragonal possibilitam um grande número de aplicações tecnológicas. Tradicionalmente empregada como refratários e abrasivos na indústria convencional, esses materiais também têm sido utilizados como cerâmica estrutural na fabricação de próteses odontológicas, devido a sua biocompatibilidade e a suas propriedades mecânicas satisfatórias para desempenho das funções dentais. Dentre as propriedades desejadas, incluem-se sua elevada dureza, resistência ao desgaste, resistência a fratura e a tenacidade em níveis satisfatórios [4].

Atualmente os sistemas cerâmicos odontológicos comerciais a base de zircônia tetragonal estabilizado por ítria,  $ZrO_2 (Y_2O_3)$ , fabricam blocos pré-sinterizados de zircônia em padrões monocromáticos, o que aliado a deficiente translucidez das cerâmicas ricas em óxidos, dificultam a obtenção de resultados estéticos de alta performance, o que eleva o custo e o tempo laboratorial de confecção de restaurações estéticas a base deste material. O desenvolvimento de blocos pré-sinterizados com variações de cores é uma alternativa que poderia viabilizar a obtenção de próteses odontológicas com resultados estéticos mais satisfatórios, e com metodologia de fabricação laboratorial em menor tempo, otimizando a linha de produção de próteses cerâmicas em laboratórios especializados.

## **1.1 Objetivo e Justificativa**

O objetivo desse trabalho foi à caracterização de blocos cerâmicos pré-sinterizados de zircônia tetragonal estabilizada por ítria, matizados e com variação destes matizes em um mesmo bloco, estes fornecidos pela empresa VIPI. Foram utilizadas pastilhas de tonalidades externas nas cores branca e amarela, realizaram-se ensaios mecânicos e usinagem em CAD/CAM de infraestruturas para a confecção de próteses dentárias em zircônia tetragonal em blocos de duas cores, sendo posteriormente aplicada cerâmica de cobertura. A utilização destes blocos possibilitaria à realização de restaurações policromáticas com menor tempo de execução e melhores propriedades ópticas do sistema cerâmico a base de zircônia, na qual viabilizaria uma maior aplicabilidade clínica deste material na rotina clínica odontológica.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1. Materiais cerâmicos à base de zircônia – ZrO<sub>2</sub>**

Cerâmicas são sólidos inorgânicos constituídos por elementos metálicos e não metálicos, que apresentam entre si ligações covalentes e iônicas [5].

A classe dos materiais cerâmicos apresenta uma grande variedade de materiais com propriedades e aplicações diversificadas. Estes materiais são tradicionalmente utilizados no setor de construção civil, na fabricação de revestimentos e produtos relacionados. As cerâmicas tradicionais não demandam requisitos elevados de propriedades devido ao nível de exigência estrutural e solicitações mecânicas aos quais são submetidos [6].

Entretanto, devido aos avanços tecnológicos e a crescente expansão industrial, surgiu uma demanda por novos materiais ou associação de materiais, capazes de atender aos novos requisitos de propriedades. A evolução do processamento cerâmico e das matérias primas envolvidas permitiu o desenvolvimento da 2ª geração de materiais cerâmicos denominadas cerâmicas avançadas. Esta classe de materiais apresentam um conjunto singular de propriedades, conferindo a estes materiais um elevado potencial de aplicação [6].

As cerâmicas utilizadas na medicina e odontologia para substituição ou reconstrução de partes danificadas do sistema esquelético são chamadas de biocerâmicas e seu uso é justificado por serem bioinertes, biocompatíveis e apresentarem pureza e boa estabilidade química. Na qual foram classificadas em reabsorvíveis (fosfatotricálcio), bioativas (biovidro, biovitrocerâmicas e hidroxiapatita) e bioinertes (carbono, alumina e zircônia estabilizada) [7][8].

O zircônio é um metal branco acinzentado, brilhante, muito resistente a corrosão e não é encontrado na natureza como metal livre. As principais fontes de zircônio são a zirconita ( $ZrO_2$ ,  $SiO_2$ ,  $ZrSiO_4$ ) e a badeleita ( $ZrO_2$ ). O dióxido de zircônia ( $ZrO_2$ ) é um óxido de zircônio branco e cristalino. Na natureza, esse óxido ocorre na forma de badeleita, com estrutura cristalina monoclinica, porém, a zircônia pode ser purificada e processada artificialmente em altas temperaturas, e formar estrutura cúbica, chamada de zircônia cúbica. O material resultante é duro, translúcido, opticamente sem defeito e geralmente utilizado na confecção de pedras preciosas [9].

As propriedades relevantes para a aplicação da zircônia na área de saúde são alcançadas pela adição de óxidos que permitem estabilizar a fase tetragonal da zircônia à temperatura ambiente. De maneira geral, a zircônia estabilizada na fase tetragonal com óxido de ítrio (*yttria tetragonal zirconia polycrystals-YTZP*) é um material adequado para aplicações com alta sollicitação mecânica e condições extremas de desgaste, pois apresenta valores relativamente elevados de tenacidade à fratura e de resistência mecânica à abrasão [10].

Materiais cerâmicos a base de zircônia apresentam várias vantagens em relação a outros materiais cerâmicos, devido à atuação do mecanismo de transformação de aumento de tenacidade operando em sua microestrutura, elevando assim suas propriedades mecânicas. Este comportamento é decorrente do mecanismo de reforço por transformação de fase, em que os grãos de zircônia tetragonal, ao serem transformados para fase monoclinica, induzem um campo de tensões que dificulta a propagação de trincas e, portanto, a ruptura da peça cerâmica [11].

As fases polimorfas de alta temperatura, que no caso da zircônia é a fase

tetragonal, podem ser retidas. Esta é uma condição essencial para o aumento da tenacidade, pois impede ou interrompe a formação de trincas pela geração de tensões internas que absorvem energia [12].

A estrutura cristalina da zircônia ou dióxido de zircônio ( $ZrO_2$ ) apresenta, à pressão atmosférica, três formas polimórficas, onde a estrutura monoclinica é a fase estável até cerca de  $1170^\circ C$ , temperatura a partir da qual ocorre a transformação para a estrutura tetragonal. Aproximadamente  $2370^\circ C$  a forma tetragonal se transforma na estrutura cúbica, que é estável até o ponto de fusão que é de  $2680^\circ C$ , conforme a Figura 1 [13].

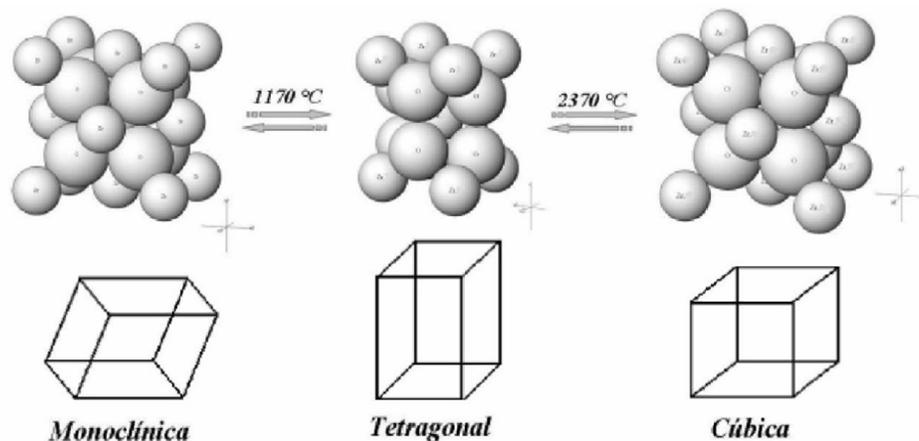


Figura 1: Formas polimórficas da zircônia sob pressão atmosférica [14].

Essa transformação é acompanhada por uma expansão volumétrica, que varia entre 3 e 5%. Isso provoca tensões internas na microestrutura do material, gerando microtrincas ao redor da partícula transformada, tornando o corpo cerâmico extremamente frágil, prejudicando as propriedades mecânicas e refratárias da zircônia pura. Por outro lado, nas cerâmicas dopadas (com adição de óxidos estabilizadores), as

tensões internas que se originam, absorvem energias de tensões externas aplicadas e melhoram as propriedades mecânicas, especialmente a tenacidade à fratura [13].

## **2.2. Zircônia na Odontologia**

A tendência das técnicas de cerâmica dental vem sendo a eliminação das próteses metálicas das restaurações, inclusive das restaurações sobre implantes visando uma melhor estética e utilizando para isto cerâmica com maior tenacidade a fratura minimizando a sua fragilidade [15].

O uso de ligas metálicas na odontologia é amplamente difundido e devido a sua resistência mecânica tornou-se inquestionável. Infraestruturas metálicas são associadas às cerâmicas com o intuito de oferecer ao material de revestimento estético, resistência, dureza e durabilidade adequada. Porém a presença necessária de infraestrutura metálica funciona como barreira para transmissão da luz, o que leva a coroa metalocerâmica a ter aspecto visual opaco e desenvolve um halo acinzentado na porção cervical da prótese, em função da presença do metal [16] [17] [18].

Suas limitações mecânicas associadas aos interesses dos pacientes por restaurações estéticas impulsionaram o desenvolvimento a formulação e introdução de novos materiais cerâmicos com resistência elevada, métodos avançados de processamento laboratorial e tecnologia clínica específica [19][20].

A classe de cerâmicas de zircônia estabilizadas com óxido de ítrio ( $Y_2O_3$ ), também chamadas de Y-TZP, apresenta boa biocompatibilidade. Em estudos recentes, em zircônia monolítica (Y-TZP) ou reforçada com alumina, não foram observadas

reações adversas em células ou tecidos vivos. O material foi avaliado quanto à sua biocompatibilidade e estabilidade química, utilizando testes de solubilidade química (ISO 6872:95 Dental Ceramics), e os resultados foram plenamente satisfatórios [21].

O emprego da zircônia na odontologia é relativamente novo mais ela tem demonstrado ser um material promissor para confecção de infraestruturas protéticas em coroas unitárias, próteses fixas múltiplas e totais, pilares e prótese sobre implantes [22].

A zircônia para uso odontológica tem demonstrado comportamento óptico opaco, que pode ser atribuído ao fato de que o tamanho de grão é maior que o comprimento da luz e ainda que elas tenham alto índice de refração. Portanto a zircônia não pode ser utilizada como material restaurador único necessitando ser recoberta com cerâmicas que tenham características translúcidas como as feldspáticas para que possam devolver a naturalidade dental [22].

Blocos pré-sinterizados podem ser obtidos por técnicas de conformação industrial (compactação isostática) que impactam o grau de homogeneidade e a densidade final do material.

Desta forma a utilização destes blocos em sistemas de usinagem CAD/CAM tem permitido a confecção de infraestruturas com menores espessuras (0,5mm) em função da alta densidade do bloco de zircônia pós sinterização criando maior espaço para a aplicação de cerâmica de cobertura aliado a possibilidade de mascaramento do substrato pelo opacidade controlada da zircônia [22].

## 2.3 Sinterização

O processo de sinterização pode ser entendido como um processo térmico cujo objetivo principal é produzir uma forte união entre partículas quando ativadas termicamente. A sinterização ocorre a temperaturas abaixo do ponto de fusão do material cerâmico, usualmente acima de 50% da temperatura de fusão (medida em escala absoluta), através do transporte difusional de massa e calor, dito sinterização via fase sólida (SFS). Ocorre ainda através da formação de uma fase líquida, fase esta formada a partir da utilização de aditivos, que se fundem a temperaturas inferiores às da temperatura de sinterização do material base, neste caso o processo é conhecido como sinterização por fase líquida (SFL) [23][24].

De acordo com as propriedades requeridas, é importante o controle do grau de porosidade dos materiais cerâmicos, pois para certas propriedades como, condutividade térmica, translucidez e alta resistência mecânica, uma baixa porosidade é requerida; ao passo que, em propriedades como permeabilidade, materiais com alta porosidade são exigidos. Assim, a escolha do processo de sinterização também se deve ao grau de porosidade pretendido nos corpos sinterizados.

No processo de sinterização por fase sólida costuma-se analisar o efeito do calor sobre duas partículas em contato, pela formação de um pescoço, gerando uma interface, com conseqüente diminuição da área superficial total, conforme ilustrado na Figura 2. O mesmo efeito pode ser extrapolado para o caso de contato entre mais de duas partículas, conforme ilustra a Figura 3.

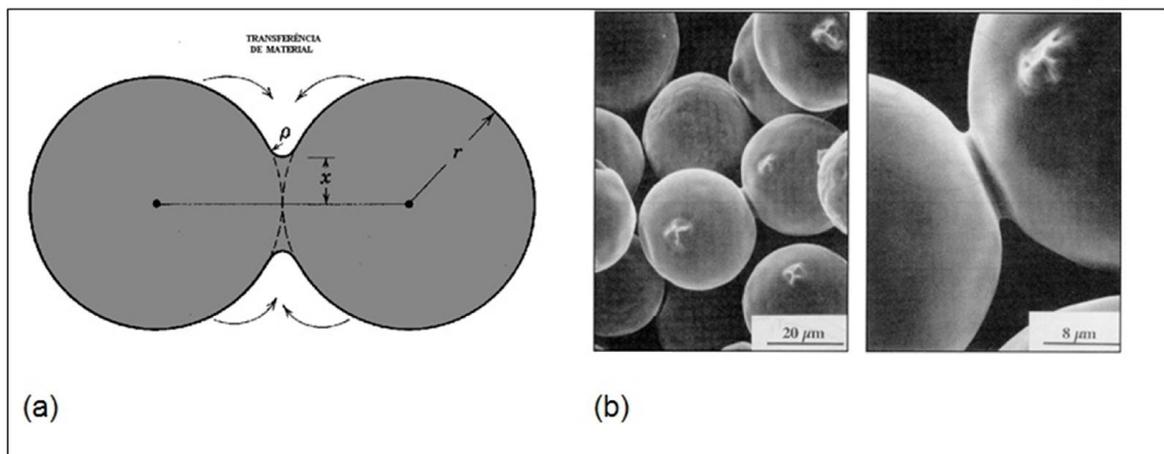


Figura 2: Modelo de duas esferas para estudo da sinterização em fase sólida: a) estágio inicial – mecanismo de transporte de massa na evaporação condensação; b) estágio final – formação de pescoço entre as duas esferas. (Níquel sinterizado a 1030°C, por 30 minutos) [25].

Tradicionalmente o processo de sinterização no estado sólido é dividido em três estágios:

**a) estágio inicial:** Este estágio é caracterizado pela formação de contatos interpartículas, desde a compactação, seguida de ativação dos mecanismos de transporte de massa promovendo a formação e crescimento de “pescoços”, até o ponto onde eles comecem a interferir entre si. Como consequência, há diminuição da porosidade aberta, redução da área superficial e aumento da interface entre as partículas.

**b) estágio intermediário:** Este estágio é caracterizado pela densificação do compacto e pelo decréscimo dos diâmetros dos poros interligados. Há o alargamento dos

pescoços, canais de poros são fechados e os poros se tornam esféricos. A porosidade aberta praticamente desaparece.

c) **estágio final:** É caracterizado pelo isolamento e eliminação gradual dos poros residuais.

A Figura 3 mostra, esquematicamente, a variação da porosidade de quatro partículas esféricas, durante o processo de sinterização no estado sólido, em cada um dos três estágios.



Figura 3: Variação da porosidade e conseqüente retração, durante o processo de sinterização no estado sólido [25].

A Figura 4 mostra os estágios de sinterização, por fase sólida, os quais estão resumidamente descritos.

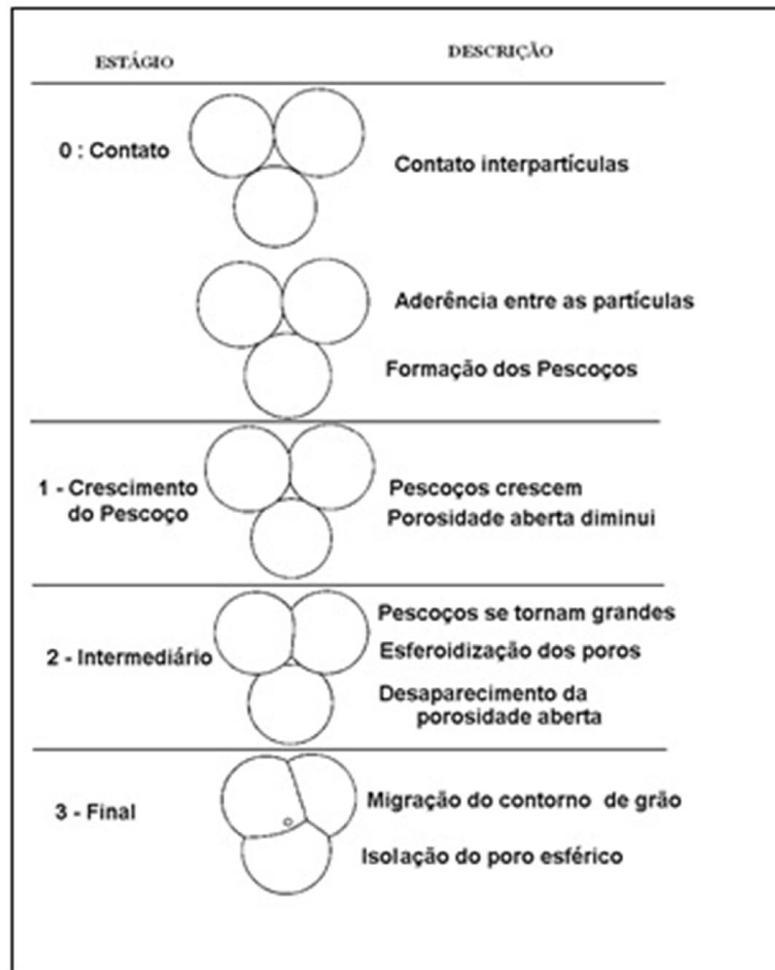


Figura 4: Estágios da sinterização por fase sólida [26]

Durante o processo de sinterização por fase sólida, prevalece o transporte de massa, que tem por consequência a diminuição da área superficial e a redução da energia do sistema.

Os caminhos de transportes de massa responsáveis pela sinterização devem incluir fenômenos como difusão volumétrica, difusão através do contorno de grãos, evaporação/condensação ou qualquer combinação das mesmas. Em todos os casos, a força termodinâmica é a responsável pela redução da energia superficial, pois ela é

induzida, pelo excesso de energia superficial, a transportar material durante a sinterização. Na consideração dos mecanismos de transporte durante a sinterização devem-se incluir, além dos caminhos, a fonte e o sumidouro de massa.

Na Figura 5 são apresentados, basicamente, seis possíveis mecanismos para transporte de massa, durante a sinterização em fase sólida, detalhados na Tabela 1. Verifica-se que todos os mecanismos levam a um crescimento do pescoço. No mecanismo de difusão através do contorno de grão, a massa origina-se no próprio contorno e acaba por se depositar na interseção do contorno de grão com a superfície de pescoço. Isto somente será possível através de uma redistribuição superficial da massa que chega à interseção do contorno de grão com a superfície do pescoço. Portanto, o mecanismo de difusão através do contorno de grão dá-se em dois estágios consecutivos: difusão de material através do contorno de grão, seguido de uma redistribuição superficial.

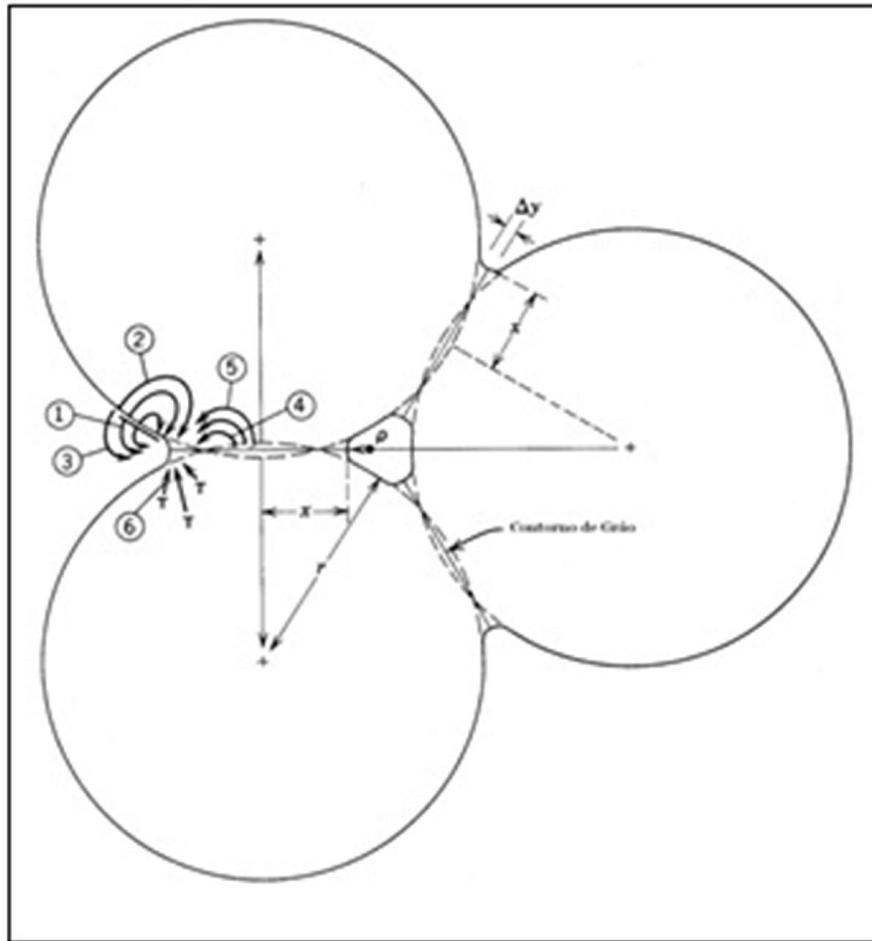


Figura 5: Mecanismos de transporte de massa durante a sinterização sólida [28].

Onde:

$r$  = raio inicial da partícula

$\rho$  = raio de curvatura do pescoço

$x$  = altura do pescoço

$\Delta y$  = parâmetro de aproximação dos centros

$T$  = discordâncias

Tabela 1 - Mecanismos de Transporte de Material Durante o Crescimento do Pescoço, na a Sinterização via Fase Sólida.

<b>Mecanismo</b>	<b>Caminho de Transporte</b>	<b>Fonte do material</b>	<b>Sumidouro</b>
1	Difusão pela superfície	Superfície	Pescoço
2	Difusão pelo volume	Superfície	Pescoço
3	Evaporação-Condensação	Superfície	Pescoço
4	Difusão pelo contorno de grão	Contorno do grão	Pescoço
5	Difusão pelo volume	Contorno de grão	Pescoço
6	Difusão pelo volume	Discordâncias	Pescoço

A zircônia apresenta-se comercial na forma de blocos, e as restaurações dentárias de zircônia são confeccionadas por subtração, a partir da fresagem destes blocos. O mercado disponibiliza blocos com diversos tamanhos/formatos, os quais são selecionados de acordo com a extensão da restauração a ser confeccionada. Os blocos de zircônia podem ser classificados conforme a sinterização.

- Zircônia totalmente sinterizada - Necessita de mais tempo para a fresagem (2 a 4 horas por unidade), embora não seja necessário submeter a zircônia a um novo ciclo de queima durante horas. Por outro lado, o desgaste dessa zircônia com pontas diamantadas promove a formação de lascamentos/tricas na superfície da cerâmica, comprometendo a sua resistência e longevidade da restauração, razão pela qual os autores aconselham o uso mais favorável da zircônia parcialmente sinterizada.

- Zircônia parcialmente sinterizada - Permite uma manipulação mais fácil e rápida de zircônia por parte do técnico em prótese dentária, uma vez que a sua dureza ainda é

baixa neste momento. Após o preparo, a cerâmica é submetida ao processo de queima (sinterização) em forno específico, durante um período de 6 a 8 horas. Como resposta à queima, o material sofre retração volumétrica. Para controlar essa contração, o fabricante do bloco informa a quantidade de contração percentualmente para aquele lote de blocos, e o sistema de fresagem é calibrado para que a peça seja fresada maior e depois da contração fique adaptada ao modelo. Alguns destes blocos têm essa contração marcada no próprio bloco por meio de um código de barras.

A maioria dos sistemas de fresagem utiliza a zircônia parcialmente sinterizada, uma vez que a sua manipulação é mais fácil, além de que as trincas geradas durante o processo de fresagem da cerâmica são eliminadas após a sinterização, ao contrário da zircônia totalmente sinterizada.

#### **2.4. Aplicação de cor na zircônia**

Atualmente existem dois métodos para obtenção de variações de tonalidade em blocos de zirconia:

Sendo o primeiro a imersão em líquido de pigmentação: Nesta metodologia a pigmentação é realizada após a realização da fresagem e do acabamento realizado nas estruturas de zirconia, submergindo toda a estrutura ou pincelando regiões específicas para obtenção de múltiplos tons. Este processo é realizado antes da sinterização, possibilitando que o pigmento fique agregado a estrutura após a sinterização. O tempo de imersão não afeta a pigmentação, porém criteriosa remoção de excessos antes da secagem evitam corrosão que poderá levar a uma cor amarelada da estrutura.

O tempo de secagem irá variar de acordo com a dimensão da estrutura fresada, onde estruturas de até cinco elementos despendem tempo de 45 minutos e estruturas com dimensões maiores despendem 1:30 h de tempo de secagem. Atenção especial deve ser dada ao risco de diminuição da vida útil das resistências dos fornos de sinterização e ao suporte para as estruturas que podem ser contaminados com o líquido de pigmentação que apresenta pH ácido. No que diz respeito a gama de cores existentes, tem-se pigmentos na escala vita e pigmentos para tonalidades gengivais [27] [28].

O segundo é a compactação com pó de zirconia previamente pigmentada: nesta metodologia utilizamos pós de zirconia em diferentes tonalidades na etapa de compactação dos blocos, criando assim blocos já coloridos antes mesmo do processo de sinterização, sem a necessidade de acréscimo de tempo na confecção dos blocos. A gama de cores abrange a escala vita e poderá ser desenvolvidos pigmentos para pigmentação gengival. Em relação ao manuseio das estruturas, os blocos pigmentados diminuem o tramite logístico dentro dos laboratórios, minimizando o risco de acidentes com estruturas pré sinterizadas fresadas no processo de pigmentação por líquidos [27] [28].

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão descritos os procedimentos experimentais adotados nas etapas de processamento e caracterização dos materiais utilizados neste trabalho.

Para a realização deste trabalho, foram utilizadas pastilhas de zirconia pré-sinterizadas, com duas camadas de cores diferentes, branca e amarela, de espessura de proporção de 40% camada amarela para 60% de camada branca. Estes materiais foram fornecidos nas seguintes dimensões: blocos de 10mm por 6 mm de espessura, blocos de 40x15x15 mm e ainda 98mm de diâmetro e 16 de altura, e foram cedidos pela empresa VIPI Materiais odontológicos- Pirassununga-SP, Brasil.

Os blocos são produzidos a partir de zircônia tetragonal estabilizada com ítria (3% mol), e a suas especificações, química e física, são apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 - Características dos blocos bicolores de zircônia (dados do fornecedor).

<b>Óxido</b>	<b>Quantidade(% peso)</b>
ZrO <sub>2</sub>	94,82
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,16
SiO <sub>2</sub>	0,003
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,004
Na <sub>2</sub> O	0,004
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<0,005
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (região amarela)	0,25
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	6,05

A Figura 6 apresenta um fluxograma de atividades relacionadas ao trabalho de dissertação.

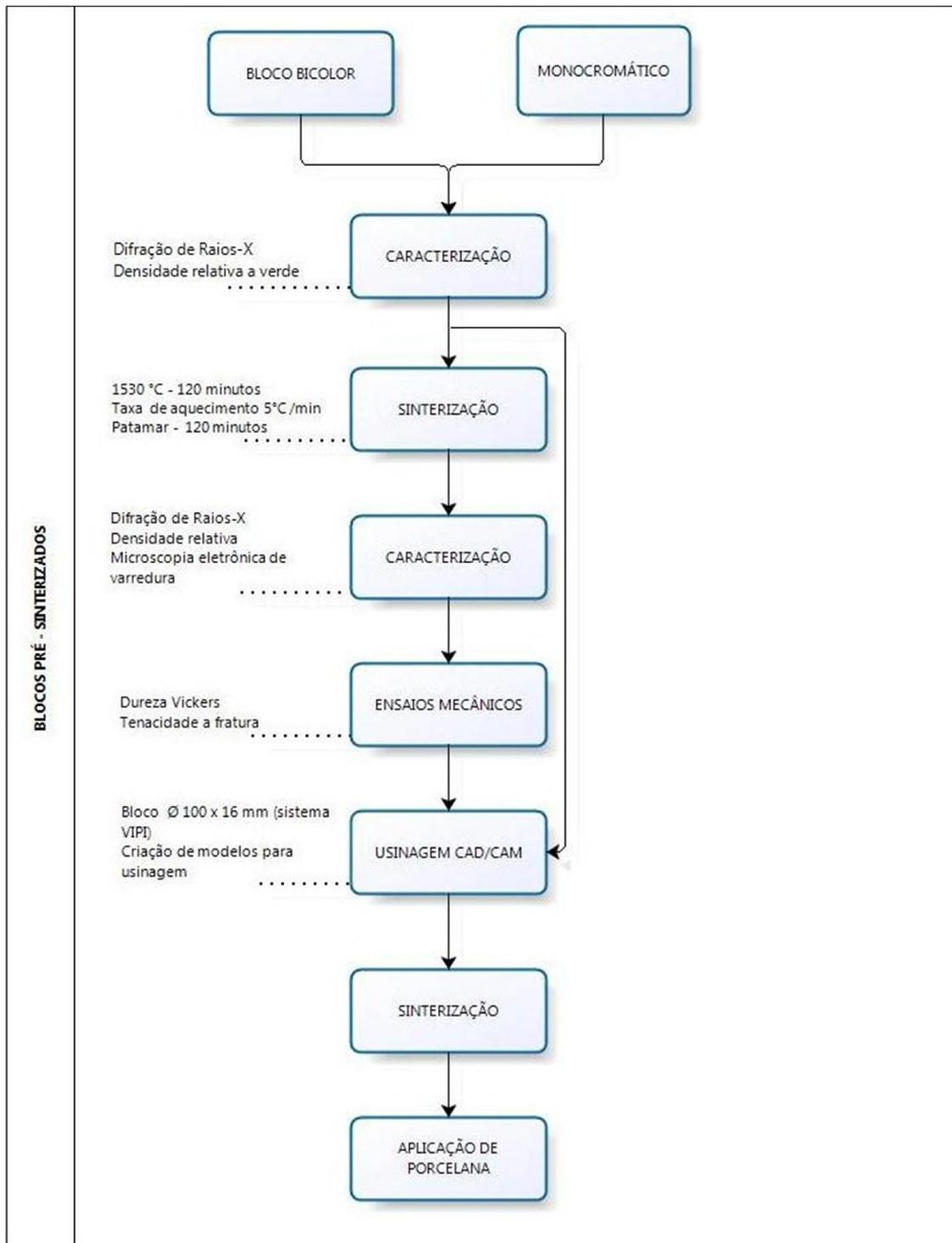


Figura 6: Fluxograma de atividades relacionadas ao trabalho de dissertação.

### **3.1 Sinterização dos corpos de prova**

Os corpos de prova pré-sinterizados em todas as geometrias, foram sinterizados utilizando o seguinte ciclo de sinterização. Amostras convencionais foram sinterizadas ao ar, com taxa de aquecimento de 5°C/min, atingindo temperatura final de 1530°C. Nesta temperatura, o material permaneceu por um período de 120 minutos. O material foi resfriado com taxa de resfriamento fixa de 8°C/min. Foi utilizado forno de sinterização com sistema de elevação automático modelo FORTELAB 1650, gentilmente cedido pela FAT-UERJ.

Em cada condição, foram sinterizados triplicatas de amostras monocromaticas ou bicolores. Todas as taxas de aquecimento e resfriamento foram escolhidas após estudos preliminares de dilatometria [29], visando assegurar à suave e eficiente eliminação dos poros presentes no material.

### **3.2 Caracterizações dos corpos-de-prova**

#### **3.2.1. Blocos pré-sinterizados**

Os blocos pré-sinterizados foram caracterizados pela sua densidade relativa, aplicando-se o método geométrico de avaliação de densidade a verde. Neste método a massa específica dos corpos é determinada medindo-se as amostras com paquímetro (precisão de 0,01 mm) e posteriormente, pesando em balança analítica de precisão ( $10^{-5}$ g). Para um maior grau de precisão, foram realizadas 05 medições de cada amostra para obter um valor médio. A partir destes dados foi utilizada a Equação 1

para obter o valor da massa específica a verde das amostras.

$$\rho_v = \frac{\text{massa}_{\text{amostra}}}{\text{volume}} \quad [\text{g/cm}^3] \quad (1)$$

Os blocos pré-sinterizados foram ainda, submetidos a caracterização por difração de raios X.

### 3.2.2. Amostras Sinterizadas

#### 3.2.2.1 Densidade Relativa

As amostras sinterizadas foram caracterizadas por sua densidade relativa: O cálculo da massa específica das amostras sinterizadas foi executado utilizando o princípio de Arquimedes, ou seja, imersão do corpo de prova por um fio de nylon, utilizando água destilada a 20°C como veículo. Foram realizadas 5 medições em balança de precisão ( $10^{-5}$  g), e cujos valores foram aplicados na Equação 2.

$$\rho_{\text{SINT}} = \frac{W_1 \times \rho_{\text{H}_2\text{O}}}{W_1 - (W_2 - W_f)} \quad [\text{g/cm}^3] \quad (2)$$

onde:

$\rho_{\text{Sint}}$  = Massa específica das amostras sinterizadas ( $\text{g/cm}^3$ ),

$W_1$  = massa da amostra seca (g),

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$  = massa específica da água a 20 °C ( $\text{g/cm}^3$ ),

$W_2$  = massa da amostra imersa (g),

$W_F$  = massa do fio imerso (g).

O valor da massa específica da água ( $\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ ) foi obtido utilizando a Equação 3.

$$\rho_{H_2O} = 1,0017 - 0,0002315T \quad [g/cm^3] \quad (3)$$

A densidade relativa foi calculada pela relação entre a massa específica da cerâmica sinterizada ( $\rho_{Sint}$ ) e a massa específica teórica de cada composição estudada ( $\rho_T = 6,05g/cm^3$ ), como mostrado na Equação 4.

$$\rho_{Rel} = \frac{\rho_{Sint}}{\rho_T} \times 100 \quad [\%] \quad (4)$$

### 3.2.2.2 Difração de raios X

As fases presentes nos blocos pré-sinterizados e nas amostras sinterizadas, foram identificadas por difração de raios X, utilizando o difratometro XRD 6100-Shimadzu com radiação Cu-K $\alpha$  com varredura entre 20° e 80°, com passo angular de 0,05° e velocidade de 5s / ponto de contagem. Os picos foram identificados, através de comparação com microfichas do arquivo JCPDS [30].

A quantificação de fração volumétrica da fase monoclinica ( $F_M$ ) foi calculada a partir das intensidades integradas dos picos monoclinicos (-111)<sub>M</sub> e (111)<sub>M</sub> e do pico tetragonal (101)<sub>T</sub> [31][32], conforme as equações (5) e (6):

$$F_M = \frac{1.311 \cdot X_M}{1 + 0.311 \cdot X_M} \quad (5)$$

em que,

$$X_M = \frac{(-111)_M + (111)_M}{(-111)_M + (111)_M + (101)_T} \quad (6)$$

Em que:  $(111)_M, 2\theta = 28^\circ$ ;  $(111)_m, 2\theta = 31,2^\circ$ ;  $(101)_t, 2\theta = 30^\circ$  representam a intensidade integrada dos picos difratados nos planos monoclinicos  $(-111)_M$  e  $(111)_M$  e no plano tetragonal  $(101)_T$ .

### 3.2.2.3 Preparação Ceramográfica

Amostras características de cada tipo de material receberam lixamento na sequencia de 74, 40 e 20  $\mu\text{m}$ . O equipamento utilizado nesta etapa foi a politriz automática da marca BUEHLER-Alemanha. A direção de lixamento foi modificada em  $90^\circ$  a cada mudança de lixa. Imediatamente, após lixamento, aplicou-se polimento com utilização de pastas diamantadas, sucessivamente, de 15, 9, 6 e 3  $\mu\text{m}$ ; novamente modificando a posição das amostras em  $90^\circ$  a cada troca de “pano de polimento”. As inversões de direções no acabamento superficial tiveram como objetivo principal chegar com condições de ranhuras mínimas. O equipamento utilizado nesta etapa foi a politriz automática da marca BUEHLER-Alemanha. Toda a parte de preparação ceramográfica foi realizada nos laboratórios da UniFOA .

### 3.2.2.4 Análise Microestrutural

Foram realizadas observações dos materiais sinterizados por microscopia

eletrônica de varredura, MEV, utilizando microscópio eletrônico n=modelo HITACHI TM3000.

Para revelação dos contornos de grão, as superfícies polidas sofreram ataque térmico, à 1300°C, por 15min, utilizando taxa de aquecimento e resfriamento de 25°C/min, visando minimizar os efeitos da temperatura no tamanho de grão e promover a limpeza dos contornos, permitindo assim, a revelação microestrutural do material.

### **3.3 Ensaio mecânicos**

#### **3.3.1. Dureza Vickers (HV)**

A metodologia utilizada para a determinação dos valores de dureza das amostras seguiu a norma ASTM C 1327-99 [33], a qual fornece o método de teste padrão para a obtenção da dureza Vickers de cerâmicas avançadas. Por razões estatísticas, foram realizadas cerca de 10 impressões Vickers nas superfícies de cada uma das amostras, utilizando-se e aplicando carga de indentação de 1000gF durante 15 segundos, em microdurômetro da marca TIMEGroup-China.

As impressões foram realizadas de tal forma que a distância entre os centros das impressões fossem superior a quatro vezes a diagonal da indentação (4 d), evitando qualquer possibilidade de interferência do campo de tensão da indentação anterior na nova indentação. As diagonais de impressão foram medidas utilizando o microscópio óptico e analisador de imagens acoplado ao microdurômetro, com aumento de 100 x.

O lay-out configurado para as indentações levou em consideração as diferentes regiões das amostras sinterizadas, sendo o esquema representado na Figura 7.

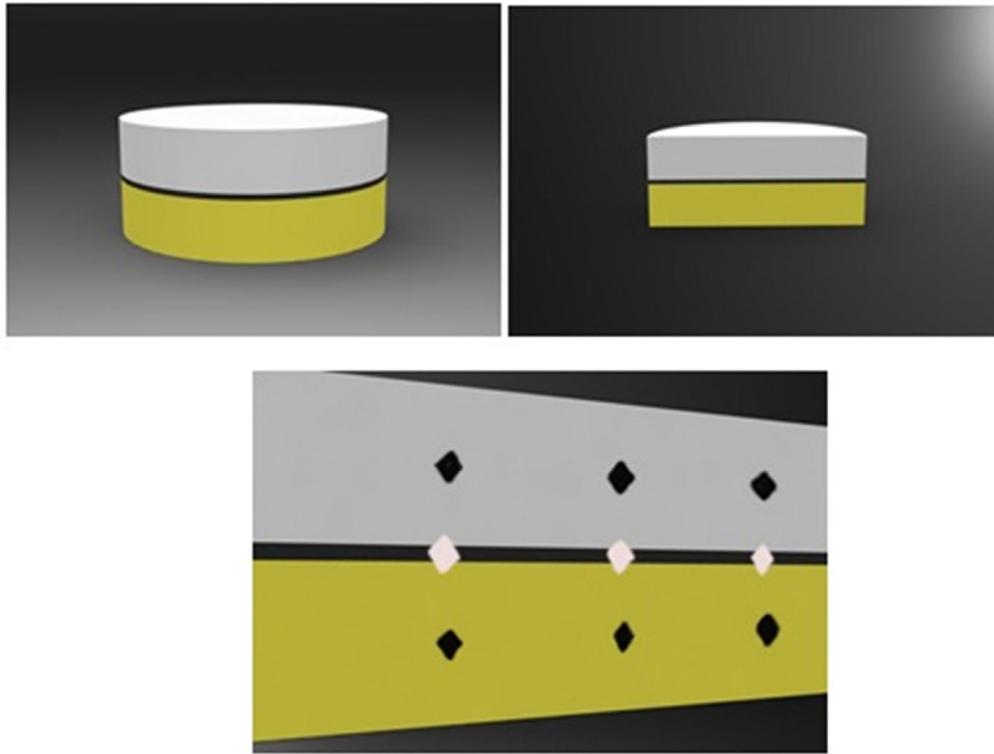


Figura 7: Representação esquemática das regiões submetidas a medidas de dureza Vickers.

Após a medição das diagonais de impressão, foram calculados os valores da dureza Vickers do material (GPa), conforme a Equação 7:

$$HV = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad (7)$$

onde  $P$  é a carga teste aplicada (N),  $d$  é o comprimento da diagonal da indentação ( $\square$ m) e 1,8544 é a constante geométrica do indentador piramidal de diamante.

### 3.3.2 Tenacidade à Fratura ( $K_{IC}$ )

A metodologia utilizada para a determinação da tenacidade à fratura por indentação Vickers das amostras segue a norma ASTM C 1421-99 [34], a qual fornece o método de teste padrão para a obtenção da tenacidade à fratura de cerâmicas avançadas em temperatura ambiente.

Cada impressão Vickers apresenta dois pares de trincas radiais. Nos cálculos, foram utilizados para cada amostra, pelo menos 10 indentações, ou 20 pares de trincas aceitáveis, ou seja, aquelas que não apresentaram interações com imperfeições de polimento e desvios da trajetória da trinca nucleada a partir dos vértices das indentações, como mostra Figura 8. A medida do comprimento das trincas foi realizada logo após o ensaio de dureza, buscando evitar o crescimento lento de trinca após a impressão, iniciado pelo campo de tensão que atua após o carregamento.

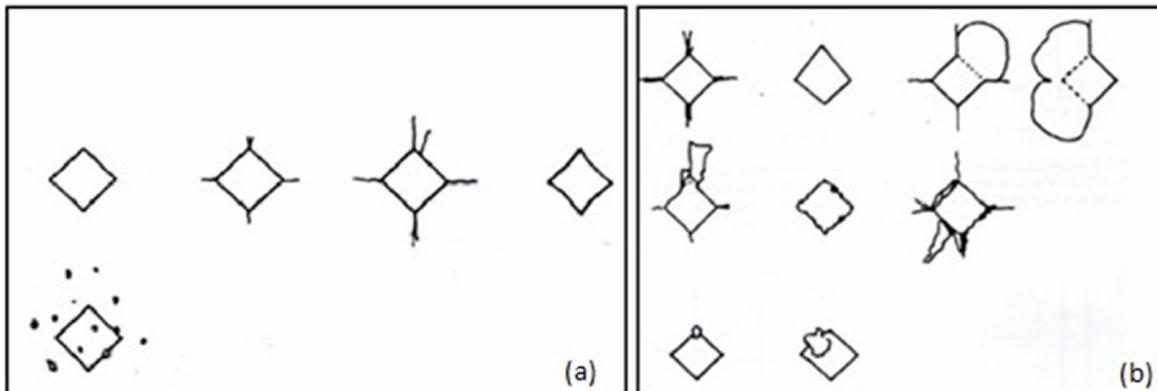


Figura 8: Indentações aceitáveis (a) e inaceitáveis (b), norma ASTM C 1327-03 [35]

Para a escolha da equação utilizada para determinar da tenacidade à fratura por indentação ( $K_{IC}$ ) foi levada em consideração a razão  $c/a$  proposta por Niihara [36]. De acordo com Niihara, se  $c/a < 3,5$  o comportamento de trincas apresentado é do tipo

Palmqvist [37], e a tenacidade à fratura é calculada de acordo com a Equação 8:

$$K_{IC} = 0,0084 \left( \frac{E}{HV} \right)^{0,4} \left[ \frac{P}{(a \cdot l^{0,5})} \right] \quad (8)$$

onde  $E$  é o módulo de Young (GPa),  $H$  é a dureza (GPa),  $P$  é a carga de indentação aplicada (N),  $a$  e  $l$  são parâmetros de indentação ( $\mu\text{m}$ ).

### **3.4 Confeções de próteses por usinagem CAD/CAM**

Os sistemas ceramo-cerâmicos a base de zircônia tetragonal são os que apresentam melhor desempenho estético-mecânico para uso odontológico em usinagem com sistema CAD/CAM. Os sistemas CAD/CAM disponíveis no mercado são compostos por uma unidade de digitalização de modelos (scanner), que possuem um software específico para realização dos projetos de design das restaurações protéticas (CAD), de uma unidade de usinagem (fresadora CAM) e de um forno específico para sinterização em altas temperaturas.

A confecção de próteses pela tecnologia CAD/CAM inicia-se pela obtenção de um modelo em gesso através de um molde realizado clinicamente em um paciente. Este modelo será escaneado e sendo assim digitalizado para unidade CAD onde um software é utilizado para realizar o desenho tridimensional da futura restauração protética. Existe também a possibilidade do escaneamento intra oral e exportação das imagens direto para a unidade CAD, porém desta forma transmitimos imagens fragmentadas o que demanda um maior tempo para digitalização de arcadas dentárias maiores e riscos de imperfeições no processo de escaneamento e digitalização. No

presente trabalho optamos pelo escaneamento de um modelo de gesso para garantia de maior precisão na confecção dessas próteses. Foi utilizado o scanner 3S Implant da empresa canadense Dental Wings. Este scanner exporta arquivo no formato STL abertos para qualquer software de design CAD, com alta capacidade de varredura e design (12 elementos em 10 minutos). A Figura 9 apresenta o scanner utilizado neste trabalho.



Figura 9: Scanner 3s Implant utilizado neste trabalho.

A partir do escaneamento e digitalização do modelo, as imagens foram exportadas para o software DWOS da Dental Wings onde foi realizado o projeto de design das infraestruturas para coroas unitárias de pré-molares e prótese parcial fixa de 03 elementos. A Figura 10 apresenta o modelo de design de prótese de 03 elementos.



Figura 10: Design CAD da infra estrutura de 03 elementos.

Realizado o projeto este foi exportado para a unidade CAM. Foi utilizada a fresadora VIPI -Mini, produzida pela empresa alemã Wieland e comercializada no Brasil pela empresa VIPI. Este equipamento possui sua unidade fresadora com cinco eixos que trabalham simultaneamente, otimizando a precisão e o tempo de usinagem. Neste momento foi utilizado um bloco cilíndrico de 98mm de diâmetro com 16mm de espessura de zircônia tetragonal pré-sinterizados bicolor, com dispositivo universal de fixação de blocos, e realizado a usinagem dos projetos desenvolvidos na unidade CAD. Após a usinagem não foi constatado a presença de fraturas ou regiões de fragilidade nas infra estruturas, que foram enviadas para o forno de sinterização, utilizado forno modelo VIPISINT da empresa VIPI sendo esta sinterização realizada a 1530°C-120min.

As Figuras 11 e 12 mostram imagens do processo de criação de modelo de elemento a ser usinado e dos blocos em usinagem deste modelo.



Figura 11: Modelo de criação de elemento dentário no software do equipamento CAD/CAM VIPI Mini.

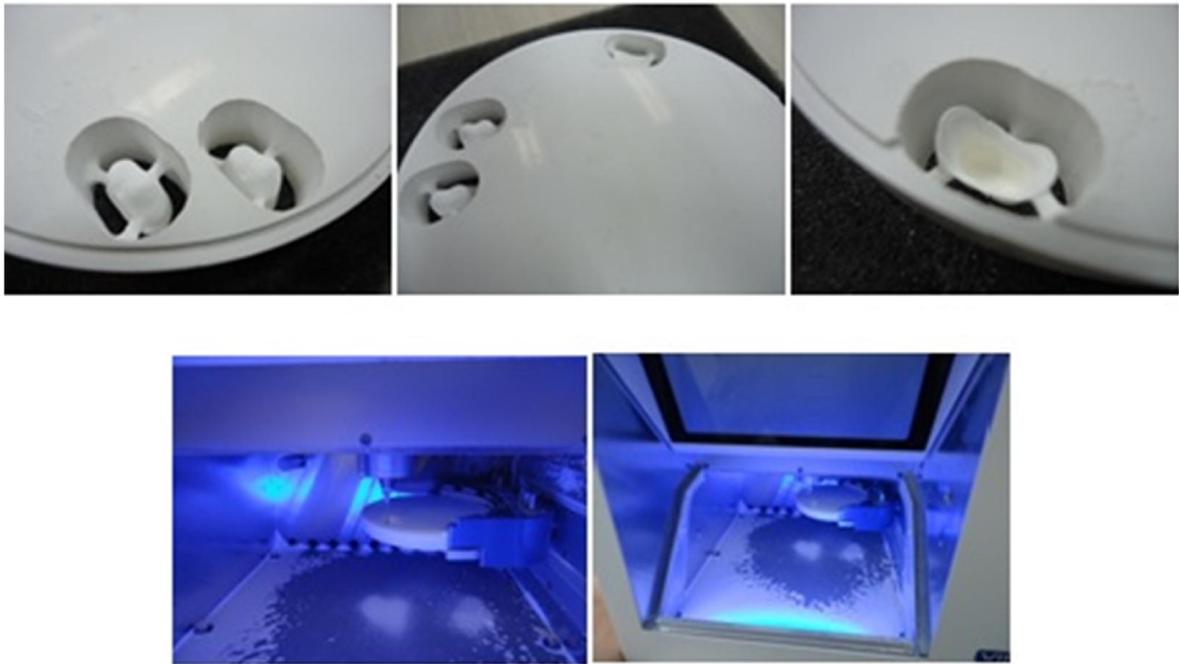


Figura 12: Detalhe dos Blocos pré-sinterizado bicamada de dimensão 98x16mm, em processo de usinagem e casquete usinado.

Na Figura 12, observa-se o modelo sendo usinado em blocos bicamada pré-sinterizados submetidos à usinagem em máquina CAD/CAM VIPI-Mini, com detalhe da criação de modelo de casquete unitário de pré-molar no software VIPI-Mini.

### 3.5 Testes de usinagem CAD/CAM

Baseadas nos resultados iniciais, blocos pré-sinterizados com dimensão de 40x15x15mm ou  $\text{Ø}98\text{mm} \times 16\text{mm}$  altura foram submetidos a processo de usinagem CAD/CAM. Nesta etapa foram utilizados blocos comerciais brancos monocromáticos para avaliação comparativa com os blocos bicamada.

Os blocos de  $\text{Ø}98\text{mm}$  bicamada obtidos, foram usinados no equipamento de

CAD/CAM VIPI MAXX S1 a partir de um projeto de design de infra estruturas para prótese fixa dentária. Foram realizados dois projetos de design a partir do software DWOS: Um projeto de infra estrutura para a confecção de coroa unitária e outro para a confecção de uma prótese fixa de 03 elementos.

Visando avaliar a usinabilidade dos blocos estas diferentes geometrias foram testadas, com vistas a identificar possível formação de trincas e/ou fragilidades. A Figura 13 apresenta um modelo de geometria de bloco pré-sinterizado desenvolvido para um sistema CAD/CAM comercial.



Figura 13: (a) Modelo de bloco de ZrO<sub>2</sub> comercial, (b) Estrutura de sistema Cerec In Lab, de usinagem computadorizada de próteses dentárias (Cerec InLab®).

Não foram identificados trincas ou regiões de fragilidades nas infraestruturas bicolores usinadas na fresadora do sistema CAD/CAM.

### **3.5.1 Sinterização dos elementos dentários usinados**

Após a fresagem, as infraestruturas foram levadas ao forno de sinterização de zircônia VIPISINT conforme instruções do fabricante, para completar a sinterização das infraestruturas usinadas, que foram submetidas a aplicação de cerâmica feldspática para completa confecção das próteses odontológicas.

O ciclo de sinterização utilizado foi semelhante aos citados no item 3.1, com temperatura final de 1530 °C, taxa de 5°C/minuto e patamar de 120 minutos.

### **3.5.2 Análise comparativa das próteses sinterizadas**

Após sinterização, as amostras monocromáticas e bicolores foram analisadas mecanicamente quanto a sua dureza e tenacidade a fratura em procedimento apresentado no item 3.3.1 e 3.3.2.

No caso das próteses sinterizadas as mesmas foram cortadas em sentido transversal conforme a Figura 14, sendo posteriormente embutida, lixadas e polidas.

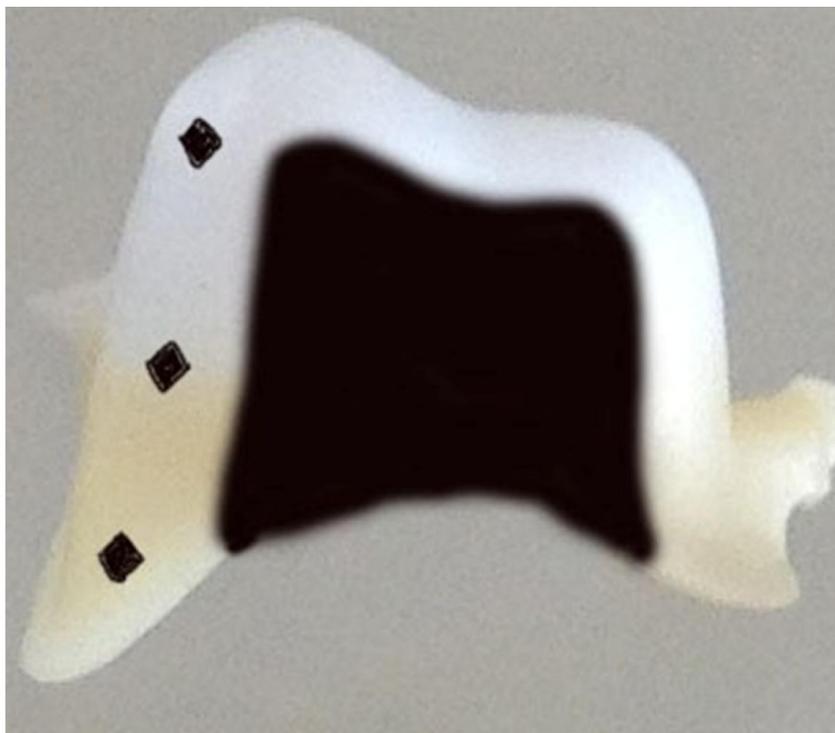


Figura 14: Prótese sinterizada cortada transversalmente, com representação esquemática das regiões submetidas ao ensaio de dureza Vickers.

### **3.6 Aplicação de cerâmica de cobertura**

Após a sinterização das infraestruturas em zircônia bicolor, iniciou-se o processo de aplicação de cerâmica de cobertura. O sistema cerâmico de recobrimento escolhido foi o sistema IPS Emax da Ivoclar Vivadent onde a fase de massas de aplicação é denominado Emax Ceram , as massas consistem de uma mistura de pó e água destilada e são aplicadas com pincéis específicos em camadas finas e uniformes e são ilustrados na Figura 15.



Figura 15: Sistema Emax de cerâmica de recobrimento utilizado neste trabalho.

A sinterização das massas foram realizadas no forno EP 3000 - Ivoclar – Vivadent, conforme Figura 16.



Figura 16: Forno de sinterização de cerâmica Ivoclar- EP 3000.

Os modelos de infraestrutura bicolor para prótese unitária e múltipla de 03 elementos e o modelo de infraestrutura monocromática unitária foram submetidos à

mesma sequência de aplicação de massas de cerâmica com os mesmos parâmetros de queima.

A primeira queima realizada foi a queima da massa denominada zirliiner que tem como função otimizar a ligação entre a cerâmica vítrea e a infra estrutura de zircônia e dar efeito de profundidade de cor e fluorescência.

A segunda queima foi realizada com massa de dentina profunda, que servirá como base para a aplicação das massas de caracterização da anatomia dental.

A terceira queima consistiu na aplicação de materiais para a reprodução da dentina e do esmalte dental com suas propriedades ópticas. Foram utilizados três tipos diferentes de massas com essa finalidade. Após esta queima foi possível observar a presença de um halo opaco na região cervical da amostra monocromática.

A quarta queima de material cerâmico foi realizada com as mesmas massas de dentina e esmalte para finalização dos detalhes anatômicos da estrutura dental. Na amostra bicolor, devido a presença de coloração semelhante a coloração natural dos dentes não houve a necessidade de se realizar a quinta queima de material cerâmico devido ao excelente resultado estético alcançado na quarta queima. Na amostra monocromática foi necessária a realização de uma quinta queima de massa para a finalização da região cervical que apresentou o halo opaco, conforme Figura 17.



Figura 17: Amostra monocromática após quarta queima evidenciando o halo opaco na região cervical.

Concluído o detalhamento anatômico foi realizada a queima de glaze com objetivo de trazer o aspecto de brilho e proporcionar lisura a restauração.

A Tabela 3 apresenta os parâmetros de queima das massas de cerâmica.

Tabela 3 - Parâmetros de queima utilizados neste trabalho (recomendação do fabricante).

<b>Bicolor</b>	<b>Monocromático</b>
Queima 1( <u>ziriner</u> )- temperatura- 960°C / tempo- 1minuto / atmosfera- vácuo	Queima 1( <u>ziriner</u> )- temperatura- 960°C / tempo- 1minuto / atmosfera- vácuo
Queima 2( <u>dentina</u> )- temperatura- 750°C / tempo- 1minuto / atmosfera- vácuo	Queima 2( <u>dentina</u> )- temperatura- 750°C / tempo- 1minuto / atmosfera- vácuo
Queima 3( <u>dentina e esmalte</u> )- temperatura- 750°C / tempo- 1minuto / atmosfera- vácuo	Queima 3( <u>dentina e esmalte</u> )- temperatura- 750°C / tempo- 1minuto / atmosfera- vácuo
Queima 4( <u>dentina e esmalte</u> )- temperatura- 750°C / tempo- 1minuto / atmosfera- vácuo	Queima 4( <u>dentina e esmalte</u> )- temperatura- 750°C / tempo- 1minuto / atmosfera- vácuo
Queima 5( <u>glaze</u> )- temperatura- 725°C / tempo- 1minuto / atmosfera- vácuo	Queima 5( <u>dentina e esmalte</u> )- temperatura- 750°C / tempo- 1minuto / atmosfera- vácuo
	Queima 6( <u>glaze</u> )- temperatura- 725°C / tempo- 1minuto / atmosfera- vácuo
<u>Total</u> : 5 ciclos de queimas.	Total : 6 ciclos de queimas.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1. Caracterização dos blocos pré-sinterizados

A Figura 14 mostra um modelo de blocos bicolor pré-sinterizados para sistema CEREC-InLab (40x15x15mm). A camada amarelada possui espessura menor que a superfície branca com a finalidade de facilitar a obtenção de estética na região cervical com menor número de aplicações de cerâmica.

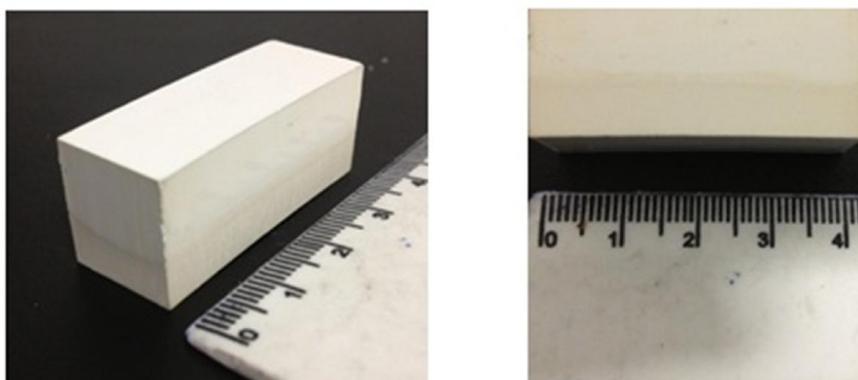


Figura 18: Blocos pré-sinterizado bicamada de dimensão 40x15x15mm, conforme recebido.

#### 4.1.1. Densidade relativa à verde

As amostras monocromáticas e bicolores foram analisadas por densidade a verde, e os resultados indicaram que ambos materiais apresentam densidade a verde na ordem de 80% da densidade teórica, independente da geometria utilizada nas diferentes etapas experimentais.

#### 4.1.2. Difração de raios X

A Figura 19 apresenta difratograma de raios X de blocos pré-sinterizados. Os resultados indicam que os blocos pré-sinterizados possuem majoritariamente a fase cristalina  $ZrO_2$  tetragonal, sem qualquer resíduo de fase monoclinica.

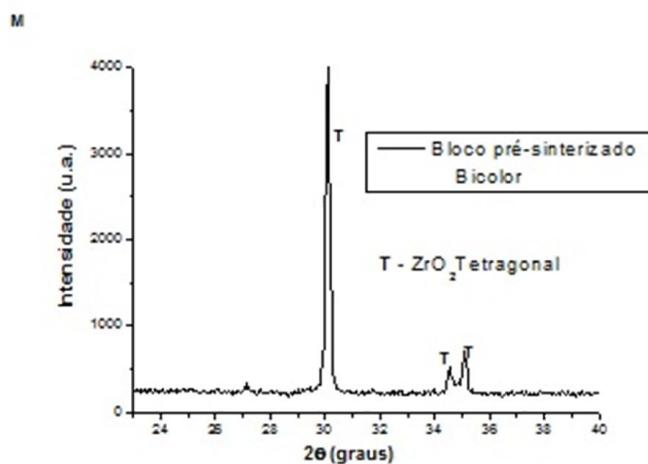
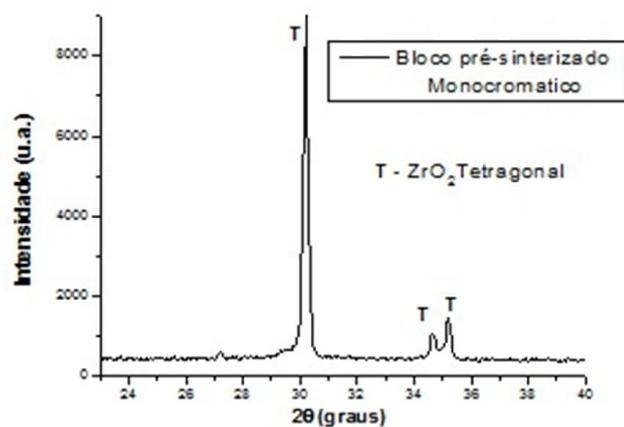


Figura 19: Difratograma de raios X dos blocos pré-sinterizados monocromático e bicolor.

#### 4.1.3. Microscopia eletrônica de Varredura (MEV)

A Figura 20 apresenta micrografias representativas da superfície de fratura dos blocos bicolores pré-sinterizados.

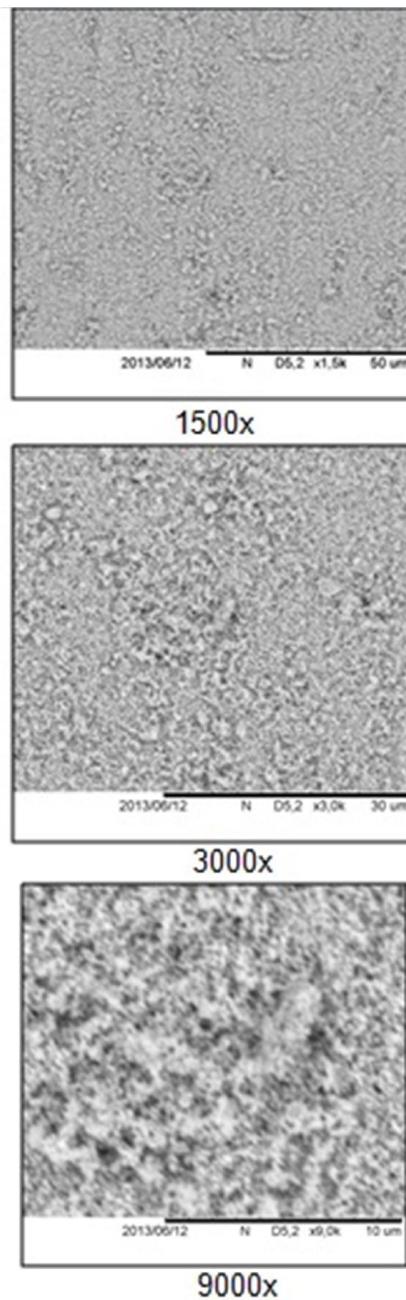


Figura 20: Micrografias obtida por MEV, de superfície de fratura do bloco bicamada pré-sinterizado.

Os aspectos dos poros mostrados na Figura 20 indicam boa homogeneidade de poros com tamanhos e formatos próximos. Estes aspectos são importantes para facilitar a usinagem dos blocos, garantindo assim um bom acabamento superficial das peças usinadas.

## **4.2. Caracterização dos blocos sinterizados**

### **4.2.1. Fotos dos corpos-de-prova**

A Figura 21 apresenta fotos ilustrativas de amostras bicolores cilíndricas após sinterização.



Figura 21: Imagem representativa de corpo de prova cilíndrico após sinterização com destaque para diferença de coloração entre as regiões.

#### 4.2.2. Densidade Relativa

A Tabela 4 apresenta os resultados das medidas de densidade das amostras sinterizadas.

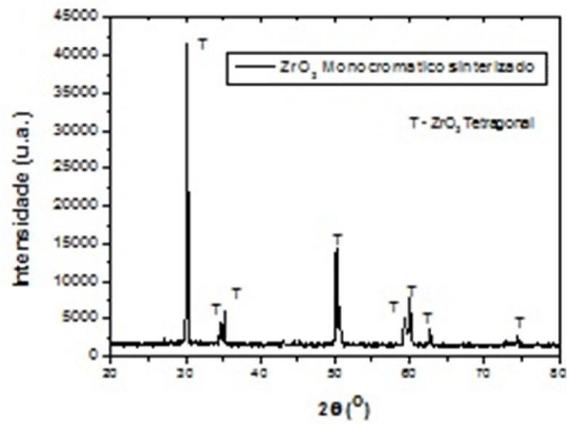
Tabela 4 - Densidade relativa das amostras sinterizadas.

Material	Condição de sinterização	Densidade aparente (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade Relativa (%)	Retração (%)
ZrO <sub>2</sub> (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) monocromática	1530°C-120min	6,023	99,5±0,2	19,95±0,12
ZrO <sub>2</sub> (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) bicolor		6,016	99,4±0,3	20,05±0,08

Os corpos-de-prova após sinterização apresentaram densidade relativa superior a 99% da densidade teórica, independente das condições de fabricação utilizadas. Estes resultados indicam que as condições de sinterização adotadas neste trabalho foram suficientes para eliminação quase total dos poros oriundos dos blocos pré-sinterizados. A retração total dos materiais após a sinterização até alcançarem a densificação completa, foi da ordem de 20%.

#### 4.2.3. Difração de raios X

A Figura 22 apresenta difratogramas de raios X das amostras sinterizadas. Observa-se totalidade de fase tetragonal no material, o que o potencializa para aplicações estruturais com elevada tenacidade, medidas que serão avaliadas em etapa futura.



a)

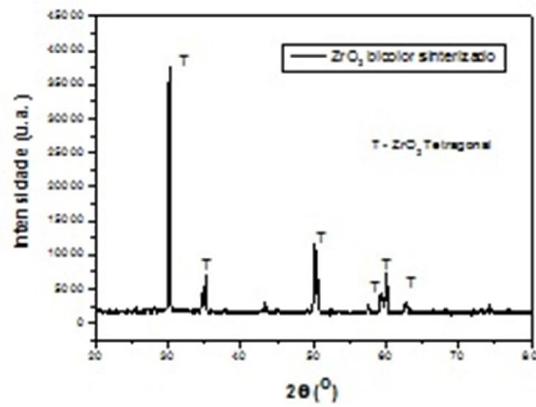


Figura 22: Difratoograma de raios X de amostras sinterizadas a 1530OC-120min . a) amostra monocromática; b) amostra bicolor.

#### 4.2.4. Microestrutura

A Figura 23 apresenta micrografias representativas de amostras sinterizadas em diferentes regiões.

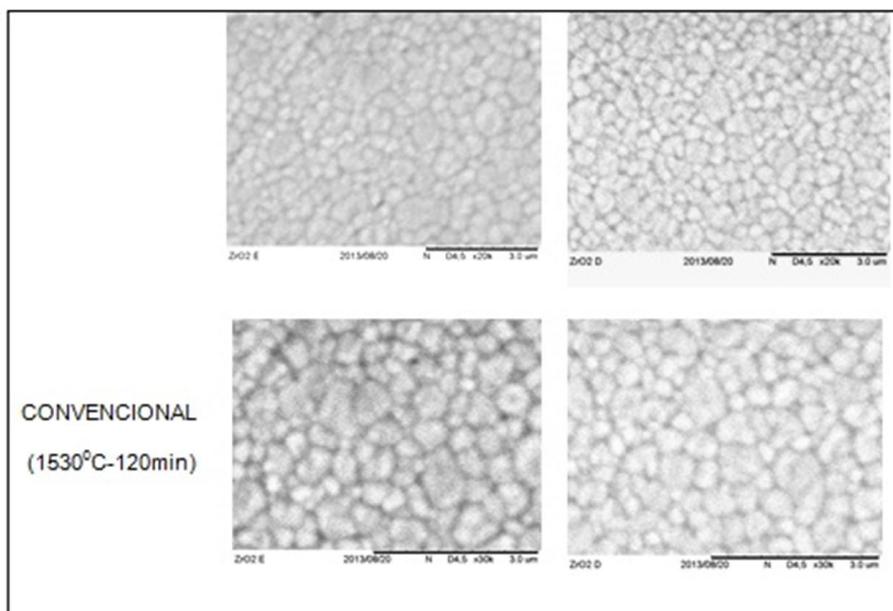


Figura 23: Micrografias representativas de diferentes regiões das amostras sinterizada 1530°C-120min.

Analisando as amostras de  $ZrO_2$  convencional sinterizadas a  $1530^{\circ}C$ , observa-se a presença de uma microestrutura refinada com grãos equiaxiais de  $ZrO_2$  de tamanho médio usual de ordem de  $0,5\mu m$ , independente da região analisada. A observação comparativa de diferentes regiões das amostras sinterizadas, não permite identificar consideráveis mudanças microestruturais. Baseado na informação do fabricante de que existem pequenos teores de  $Fe_2O_3$  na região amarela, como responsável pela coloração, o efeito deste óxido em possíveis crescimento dos grãos de  $ZrO_2$  não é pronunciado, ao menos nas condições de sinterização estudadas neste trabalho,  $1530^{\circ}C-120min$ . Esta constatação fica evidenciada com os resultados de tenacidade apresentados a seguir.

## 4.2.5 Propriedades Mecânicas

### 4.2.5.1. Dureza Vickers e Tenacidade a Fratura

A Tabela 5 apresenta os resultados das medidas de dureza Vickers e tenacidade a fratura em função das condições de fabricação.

Tabela 5 - Propriedades Mecânicas das amostras sinterizadas em diferentes regiões.

Tipo de Amostras	Material / condição de processamento	Região	Densidade Relativa (%)	Dureza Vickers (HV)	Tenacidade à Fratura (MPa.m <sup>1/2</sup> )
Corpos-de-prova	ZrO <sub>2</sub> bicolor (1530°C-120min)	Branca	99,5±0,2	1391 ± 58	7,1 ± 0,4
		Interface		1385 ± 23	7,3 ± 0,5
		Amarela		1372 ± 34	7,2 ± 0,5
	ZrO <sub>2</sub> monocromática (1530°C-120min)	Branca	99,4±0,3	1360 ± 30	7,2 ± 0,54
Próteses Usinadas	ZrO <sub>2</sub> bicolor (1530°C-120min)	Branca	99,1±0,5	1380 ± 45	6,9 ± 0,3
		Interface		1377 ± 35	7,1 ± 0,2
		Amarela		1378 ± 54	7,3 ± 0,4
	ZrO <sub>2</sub> monocromática (1530°C-120min)	Branca	99,3±0,2	1368 ± 42	7,3 ± 0,6

Observa-se uma leve diferença de dureza Vickers entre os materiais estudados, monocromático e bicolor. Materiais monocromáticos apresentam dureza da ordem de 1360HV, enquanto os bicolores apresentam dureza de 1380HV. Este resultado pode estar relacionado a diferenças microestruturais encontradas entre os materiais, pois apesar de densidade relativa similar, os materiais possuem menor tamanho médio de grãos, o que indica uma maior população de contornos de grãos, os quais são mais fáceis de serem transpostos durante a penetração do indentador nos ensaios de dureza Vickers.

A Tenacidade a fratura medida foi superior a  $7,0\text{MPam}^{1/2}$ , em ambos os materiais analisados e independente do matéria e da região analisada. Considerando a alta densidade relativa os valores estão coerentes e dentro das especificações sugeridas pela norma ISO-6872 [38] que avalia a possibilidade de uso de cerâmicas dentárias. A Norma preconiza que cerâmicas para uso em próteses com mais de 4 elementos possuam tenacidade superior a  $5,0\text{MPam}^{1/2}$ .

#### 4.3 Confeção de próteses por usinagem CAD/CAM

A Figura 24 apresenta as infraestruturas monocromáticas e bicolor já sinterizadas, onde o casquete bicolor evidencia que a camada amarelada possui espessura menor que a superfície branca com a finalidade de facilitar a obtenção de estética na região cervical com menor número de aplicações de cerâmica.



Figura 24: Imagem das infraestruturas após a sinterização.

A região cervical dos dentes apresentam naturalmente uma coloração amarelada, que representa a cor da dentina, devido a pequena espessura de esmalte encontrada nesta região. A confecção de infraestruturas bicolor com tom amarelado na região cervical copia a situação natural dos dentes possibilitando a obtenção de resultados estéticos com menor quantidade de massas cerâmicas o que permite confeccionar próteses com a espessura correta na região cervical (perfil de emergência).

A redução da quantidade de massa de cerâmica e do número de queimas resulta em economia de tempo de trabalho do técnico em prótese, em economia de gasto de energia elétrica devido ao menor tempo de utilização dos fornos de sinterização e economia nos gastos com massa de cerâmica pelo menor volume utilizado deste material, além de diminuir o risco de erro de execução manual do técnico em prótese dental, por facilitar e reduzir o tempo de trabalho.

A diminuição do número de queimas permite a redução da possibilidade de formação de tensões residuais entre as camadas de massas cerâmicas e na interface massa cerâmica / infra estrutura de zircônia.

Entre as cerâmicas podem existir a formação de tensões em regiões críticas devido ao acúmulo de massas e a contração volumétrica do material durante o processo de sinterização. Em níveis baixos ocorre uma pequena cristalização de leucita, que muitas vezes não pode ser detectada no difratômetro por estar abaixo do limite de detecção do aparelho que é 2% em volume. A cristalização localizada pode gerar pequenas variações volumétricas devido ao arranjo atômico dos átomos ali constituídos que geram superfícies de características diferentes da próxima massa a

ser aplicada. O acúmulo da quantidade desses cristais podem gerar regiões com campos de concentração de tensão que podem vir a ser futuros nucleadores de falha mecânica durante a função mastigatória. Este tipo de fenômeno apesar de pouco estudado deve ser levado em consideração principalmente em próteses múltiplas que serão sujeitas a maiores cargas mastigatórias. Como os fabricantes de massa de cerâmica não recomendam o resfriamento lento é interessante a redução do número de queimas para reduzir os riscos acima.

A região de interface deve ser considerada crítica nos sistemas ceramo-cerâmico de zircônia/cerâmica de cobertura. Não existe durante a queima uma interação aprofundada entre as fases presentes como nos sistemas metalocerâmicos. Isso se deve a dificuldade de ocorrência de processos difusionais entre as duas fases nesta faixa de temperatura e devido também a diferença do coeficiente de expansão térmica entre as duas fases. Como é sabido os fornos de sinterização de porcelanas não possuem controle do resfriamento abaixo de 400 °C. Nesta condição o choque térmico pode em tese gerar tensões residuais que podem vir a reduzir a resistência mecânica da interface. Uma possível aproximação que identifica a tensão residual provocada entre dois materiais foi proposta por Shi et al e modela a tensão entre dois materiais cerâmicos (sem plasticidade ) conforme a equação 9.

$$\sigma_m = E_m((\alpha) - \alpha_m)\Delta t \quad (9)$$

Considerando que a tensão residual entre os dois materiais no presente caso seria influenciado pelo coeficiente de expansão térmica da zircônia que é  $10.6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  e da cerâmica  $8.2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  e pela variação de temperatura de pico do forno que é de 750 °C a tensão residual entre os materiais seria da ordem de 65 MPa. Devido a isto é

interessante o número de queimas ser reduzido para minimizar estes fatos.

## 5. CONCLUSÕES

- Cerâmicas de  $ZrO_2(3\%Y_2O_3)$  monocromáticas e bicolores apresentaram propriedades similares, com valores típicos para materiais sinterizados a  $1530^0C$ : Densidade relativa superior a 99%, fase cristalina presente integralmente composta de estrutura tetragonal, com microestrutura composta de grãos de zirconia com tamanho médio de  $0,5\mu m$ .
- Os materiais bicolores não mostram diferenças significantes de microestrutura e de propriedades entre as camadas. Além disto, a interface é homogênea, e não apresenta limites, ou seja, não é possível observar em níveis de microscopia eletrônica de varredura, os limites de cada uma.
- Devido a esta homogeneidade, as propriedades mecânicas não idênticas em todas as regiões, com dureza da ordem de  $1380HV_{1000gF}$  e tenacidade a fratura superior a  $7MPa.m^{1/2}$ .
- A usinagem das próteses e os resultados obtidos nos materiais bicolores apontam para vantagens interessantes, devido aos efeitos estéticos obtidos e pela possibilidade de redução de chance de criação de defeitos microscópicos que possam eventualmente diminuir a vida útil das próteses.

## 6. REFERÊNCIAS

- [1] Rocha SS, Andrade GS, Segala JCM. Sistema In-Ceram de infra estruturas totalmente cerâmicas.*Rev Fac Odontol Lins.* 2004;16(1):7-12.
- [2] McLean JW ,Hughes TH.The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides.*Br Dent J.*1965;119(6):251-67..
- [3] Kina S, Cerâmicas Dentárias. *Rev Dental Press Estet.*2005;2(2):112-28..
- [4] Li W, Gao L, Guo JK. Synthesis of yttria-stabilized zirconia nanoparticles by heating of alcohol-aqueous salt solutions.*Nanostructures Materials.*1998;10(6):1043-9.
- [5] Richerson WD.Modern ceramic engineering.Properties, processing and use in desing.Los Angelis:Marcel Dekker;2006.
- [6] McLean, A.F., Hartsock, D.L., Desing with Structural Ceramics, *Structural Ceramics*, p.27-95,1989.
- [7] Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials.* 1999Jan; 20(1): 1-25.
- [8] Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials.* 2006 Feb; 27(4): 535-43.
- [9] Park JB, Bronzino JD. *Biomaterials. Principles and applications.* London: CRC Press,2002.
- [10] Kelly,R.,Denry,I.Stabilized zirconia as a structural ceramic.An overview.*Dental Materials*,vol24,p 289-298,2008.

[11]Silva,M.B.F.,Reis,A.E.,Santana,P.R.Sumáriomineral.1981/2001.Brasília:Departament o Nacional de Produção Mineral;2002.

[12]Andreiuolo,R.,Gonçalves,S.A.,Dias,K.R.H.C.A zircônia na Odontologia Restauradora.Rev. bras.odontol.,vol68,n1,p49-53,2011.

[13] Stevens R. An introduction to zirconia: zirconia and zirconia ceramics. 2nd ed. New York: Twickenham Magnesium Electrum; 1986.

[14] Birrer, N. M. R. Materiales cerámicos del sistema Mullita Zirconia Zircón; propiedades mecánicas, de fractura y comportamiento frente al choque térmico.2009. Tese de Doutorado Departamento de química, Universidad Nacional de La Plata, La Plata.

[15] Oliveira, A.P.A., Torem, M.L. The influence of precipitation variables on zirconia powder synthesis. Powder Technology. 2001:119 ( 2 ): 181-93.

[16] Wataha JC. Alloys for prosthodontic restorations. J Prosthet Dent. 2002 Apr;87 (4): 351-63.

[17] Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. Dent Mater. 2004 Jun;20(5): 449-56.

[18] Sadowsky SJ. An overview of treatment considerations for esthetic restorations: a review of the literature. J Prosthet Dent. 2006 Dec;96(6):433-42.

[19] Manicome, P.F., Iommetti, P.R., Rafaellil, L., 2007, "An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications", Journal of Dentistry, v.35, pp. 819-826.

[20] Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidos P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. Eur J Esthet Dent. 2009 Summer;4(2):130-51.

[21] Moraes, M. C. S. B., Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Compósitos Alumina-Zircônia para Próteses Dentárias. 258p. Tese (Doutorado), Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2004.

[22] Denry I, Kelly JR. State of the art of zircônia for dental applications. Dent Mater. 2008 Mar;24(3):299-307.

[23] German, M.R., Powder Metallurgy Science. 2nd. Ed. Princeton: Ed. Metal Powder Industries Federation, 472p, 1994

[24] German, R.M., Sintering Theory and Practice. New York: John Wiley and Sons, 550p, 1996.

[25] Reed, J. S., Principles of Ceramics Processing. New York: John Wiley, 658p, 1995.

[26] Kingery, W. D., Bowen, H. K., Uhlmann, D. R., Introduction to Ceramics. 2nd. ed. New York: John Wiley, 1032p, 1976.

[27] [www.zirkonzahn.com/pt/produtos/colour-liquid](http://www.zirkonzahn.com/pt/produtos/colour-liquid)

[28] [www.amannirrbach.com/en/products/ceramill-cadcam-system/ceramill-zolid/](http://www.amannirrbach.com/en/products/ceramill-cadcam-system/ceramill-zolid/).

[29] Habibe, C.H., Avaliação de propriedades de uma cerâmica dentária nacional à base de zircônia estabilizada com ítria ( $ZrO_2-Y_2O_3$ ). Dissertação de Mestrado, Centro Universitário de Volta Redonda – UniFoa, 2011 55f.

[30] JCPDS – International Centre for Diffraction Data 2000, Advances in X-ray Analysis.

[31] Toraya H., Yoshimura M and Somiya S. Calibration curve for quantitative analysis of the monoclinic tetragonal ZrO<sub>2</sub> system by X-ray diffraction. J Amer Ceram Soc., 1984;67:119-121.

[32] Garvie R.C. and Nicholson PS. Phase analysis in zirconia systems. J Amer Ceram Soc., 1972; 55:303-305.

[33] ASTM: C 1327-99. Standard test method for Vickers indentation hardness of advanced ceramics, pp. 1-8,1999.

[34] ASTM: C 1421-99. Standard test method for determination of fracture toughness of advanced ceramic at ambient temperature, pp. 1-32,1999.

[35] ASTM: C 1327-03. Standard test method for Vickers indentation hardness of advanced ceramics, 2003.

[36] Niihara, K., A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics, Journal of Materials Science Letter, v.2.p.221-223,1983.

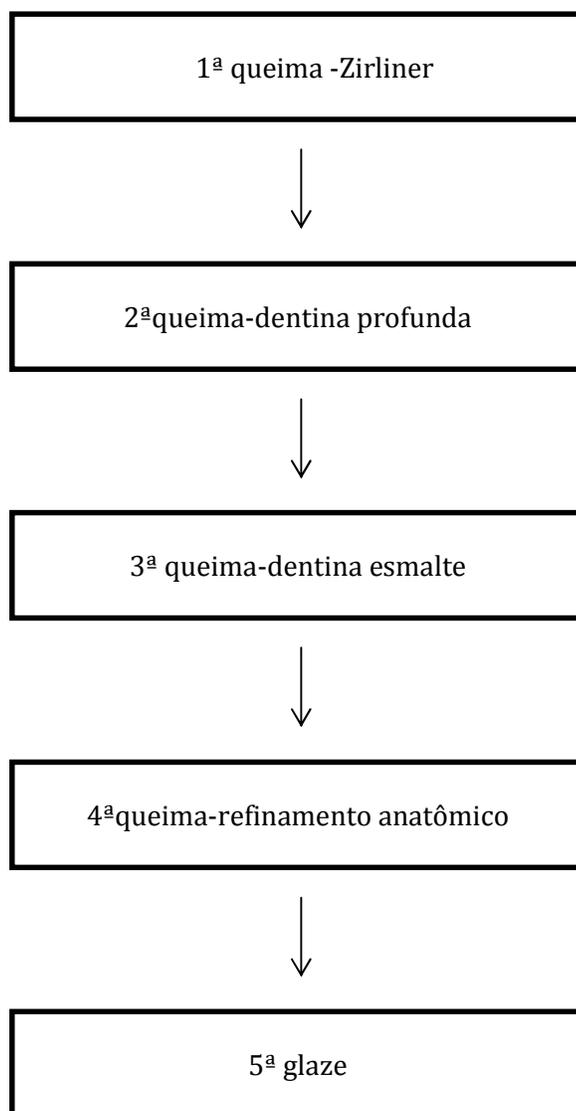
[37] Dériano, S.;Jarry, A.; Rouxel, T.; Sangleboueuf, J.-C;Hamphire, S. The indentation fracture toughness ( K<sub>c</sub> ) and its parameters: the case of silica-rich glasses. Journal of Non-Crystalline Solids, v. 344, p. 44-50, 2004.

[38] ISO 6842 International Organization for Standardization, ISO6872- Dentistry - Ceramic materials, 2008, 24p.

[39] Shi, J.L., Lu, Z.L., Guo, J.K., 2000. Model analysis of boundary residual stress and its effect on toughness in thin boundary layered yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystalline ceramics. J. Mater. Res. 15 (3), 727–732.

## 7. ANEXOS

Anexo 1- Fluxograma da sequência de aplicação para infra estrutura bicolor.



Anexo 2 - Sequência de aplicação de porcelanas nos substratos de zircônia.



A2.1-Infra- estruturas sinterizadas de zircônia

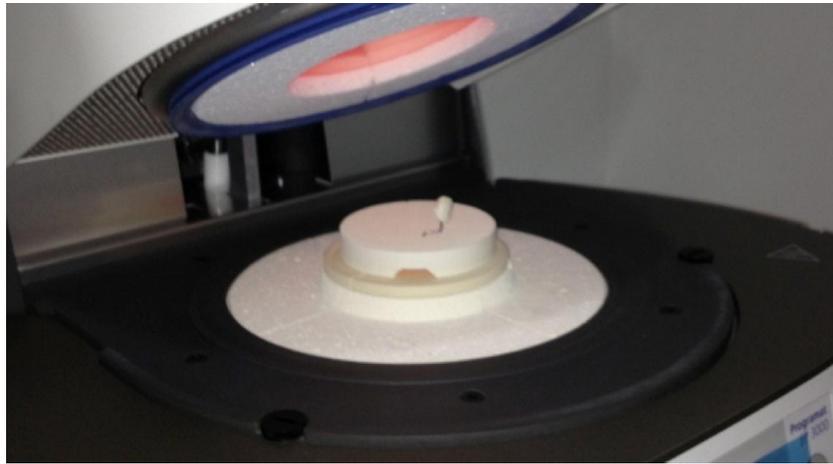
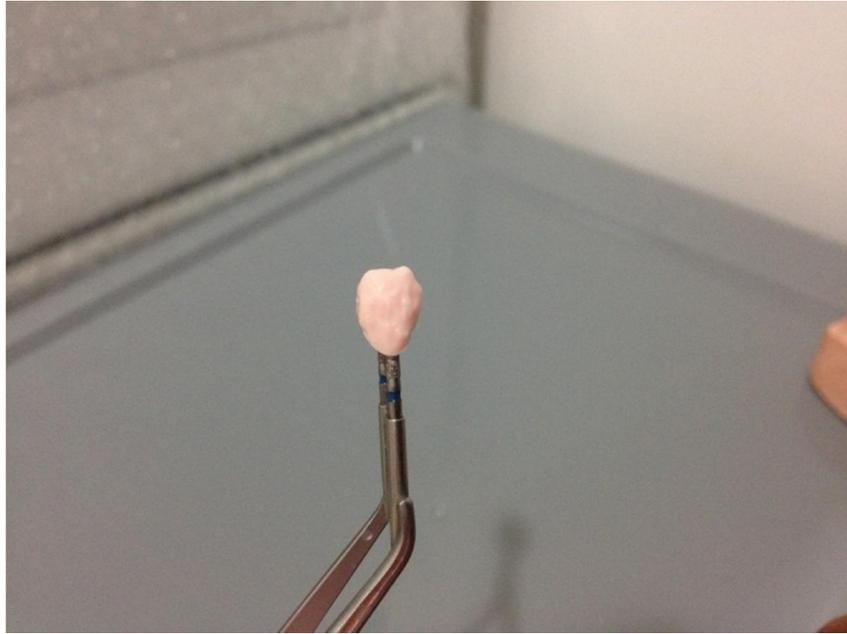




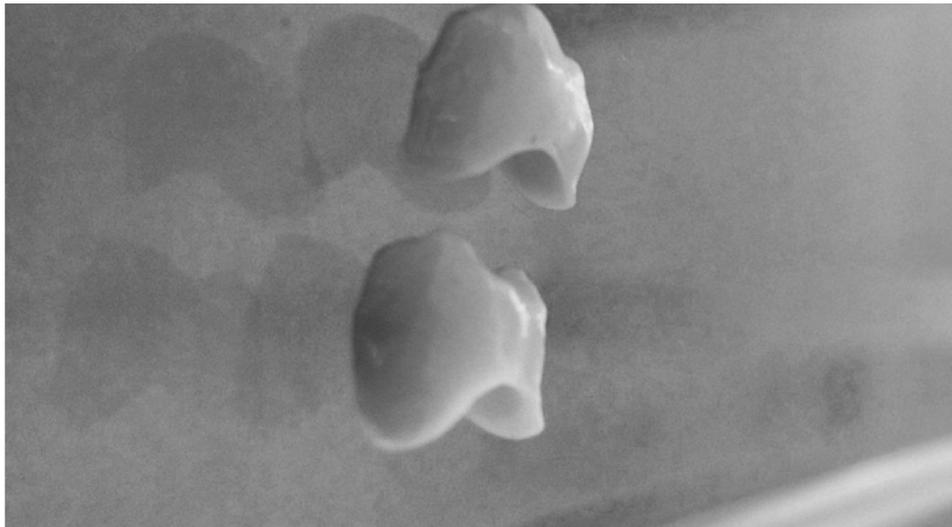
A2.2 - 1ª Queima –Zirliner-960 °C



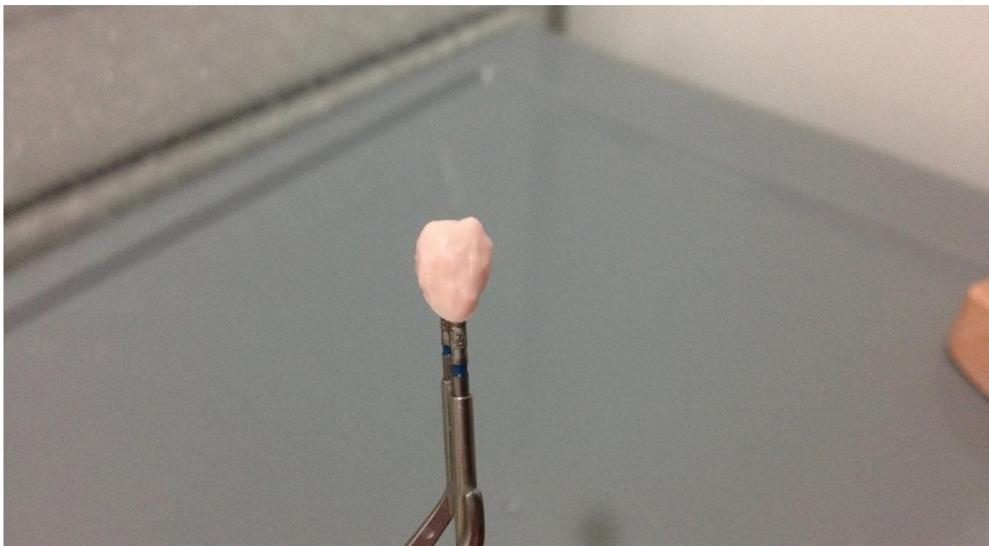
A2.3 - 2ª Queima –Dentina Profunda-750 °C



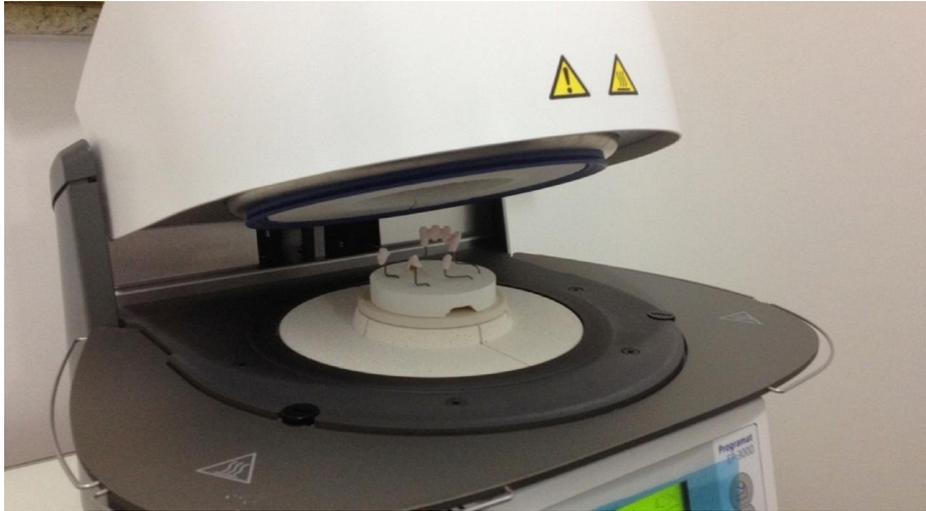
A2.4 - 3ª Queima – Dentina e esmalte –anatomia dental 750 °C



A2.5 - Fotografias evidenciando o resultado estético obtido com detalhe para a região cervical com halo opaco na infra estrutura monocromática.



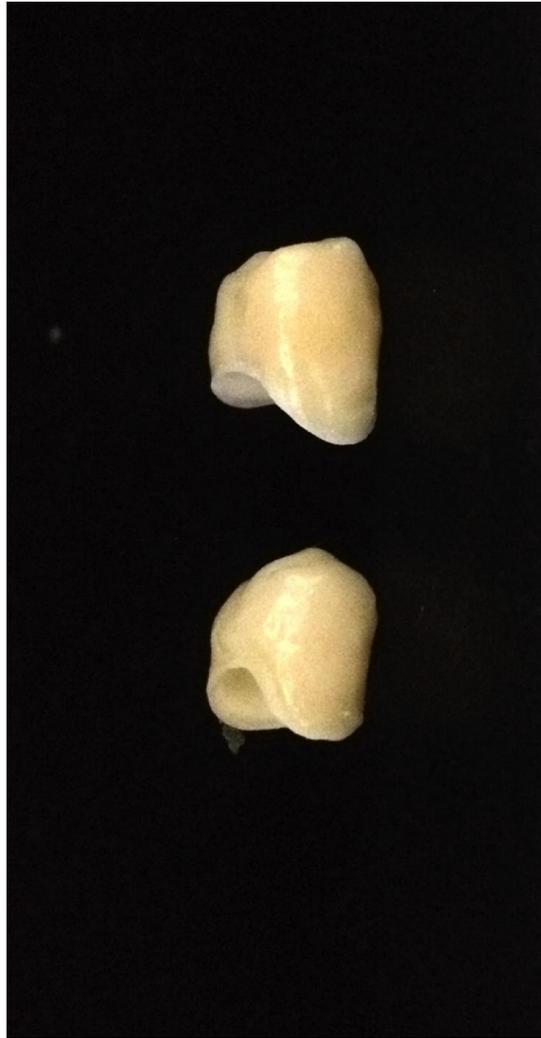
A2.6 - 4ª Queima –Refinamento anatômico-750 °C



A2.7- 5ª Queima –Glaze:Brilho e lisura-725 °C



A2.8 –Resultado final



A2.9- Aproximação do resultado final evidenciando a necessidade de mais uma queima na infra estrutura monocromática para correção do halo opaco na cervical.

## Anexo 3 – Depósito de patente do produto

26/02/2014 860140023311 13:32 NPWB		
		
0000221401363614	BR 10 2014 004512 0	
Protocolo	Número	Código QR

	<b>INPI</b> INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL	<b>INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL</b> Diretoria de Patentes Sistema e-Patentes/Depósito	
<b>DIRPA</b> 	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:

<b>Dados do INPI:</b>	
Número de processo:	BR 10 2014 004512 0
Número da GRU principal:	00.000.2.2.14.0136361.4 (serviço 200)
Número do protocolo:	860140023311
Data do protocolo:	26 de Fevereiro de 2014, 13:32 (BRT)
Número de referência do envio:	23360
<b>Dados do requerente ou interessado:</b>	
Tipo de formulário enviado:	DIRPA-FQ001 v.005
Referência interna:	112525-219862
Primeiro requerente ou interessado:	CLAUDINEI DOS SANTOS
CPF do primeiro requerente ou interessado:	025.244.607-03
Número de requerentes ou interessados:	1
Título do pedido:	MÉTODO E MATRIZ PARA FABRICAÇÃO DE MATERIAL CERÂMICO PRÉ-SINTERIZADO COM GRADIENTE DE COLORAÇÃO PARA USO ODONTOLÓGICO E PRODUTO CERÂMICO ASSIM OBTIDO.

### Arquivos enviados:

Arquivo enviado	Documento representado pelo arquivo	Número de páginas
	Arquivo com informações do pacote em XML	---
	Formulário de depósito de pedido de patente ou de certificado de adição em XML	---
	Arquivo com dados do corpo do conteúdo patentário em XML	---
	Formulário de depósito de pedido de patente ou de certificado de adição em PDF	---
RELATORIO.pdf	Arquivo com conteúdo técnico-patentário da petição	8
DESENHOS.pdf	Arquivo com conteúdo técnico-patentário da petição	1
RELATORIO.txt	Relatório descritivo em formato eletrônico texto	---
REIVINDICAÇÕES.txt	Reivindicações em formato eletrônico texto	---
RESUMO.txt	Resumo em formato eletrônico texto	---
PROCURACAO_2013-06-20_PROCURAÇÃO - CLAUDINEI DOS SANTOS.pdf	Procuração em formato eletrônico PDF	1
GRU e comprovante.pdf	Guia de Recolhimento da União (GRU) paga com comprovante de pagamento em formato eletrônico PDF	2



**INPI** INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL  
Diretoria de Patentes  
Sistema e-Patentes/Depósito

<b>DIRPA</b> PATENTES	Tipo de Documento: <b>Recibo de Peticionamento Eletrônico</b>	<b>DIRPA</b>	Página: <b>2 / 2</b>
		Código: <b>RECIBO</b>	Versão: <b>01</b>
Título do Documento: <b>Recibo</b> DIRPA-FQ001 - Depósito de Pedido de Patente ou de Certificado de Adição		Modo: <b>Produção</b>	

**Dados sobre o envio:**

Responsável pelo envio:	Administrativo VILAGE:9ed81effcc7b1cbce5d2884c6b878046
Assinatura (Requerente, Interessado ou Procurador):	GEISLER CHBANE BOSSO:03923594801,OU=AR FACESP,OU=VALID,OU=RFB e-CPF A3,OU=Secretaria da Receita Federal do Brasil - RFB,O=ICP-Brasil,C=BR
Método de envio:	Eletrônico pela Internet
Código de segurança:	5C:F0:3B:DC:AC:23:80:29:47:B8:9B:55:B4:D6:21:BF:03:2D:81:7A