

## EFEITO DA OXIDAÇÃO TÉRMICA E DO AMBIENTE CONTENDO 0,9 % DE NaCl NO COMPORTAMENTO EM FADIGA DA LIGA Ti6Al4V<sup>1</sup>

*Silvando Vieira dos Santos<sup>2</sup>*  
*Thiago Emanuel de Carvalho Souza<sup>3</sup>*  
*Raphael Calazans Cardoso<sup>3</sup>*  
*Renan Celestino Silva Santos<sup>4</sup>*  
*Sandro Griza<sup>5</sup>*

### Resumo

Os processos de fadiga e fraturas assistidas pelo ambiente são responsáveis pela maioria das falhas em implantes. Devido às baixas propriedades tribológicas do Ti e suas ligas a técnica de oxidação térmica tem ganhado destaque por conferir um aumento da dureza superficial e conseqüentemente melhorar as propriedades tribológicas da liga Ti6Al4V. Entretanto apesar da melhoria das propriedades tribológicas existe uma tendência na redução do limite de fadiga quando há presença de uma camada de óxido na superfície da liga Ti6Al4V. Ainda a ação combinada de fluidos corpóreos e de carregamento precisa ser investigada. Neste trabalho foi avaliado o efeito da oxidação térmica combinando a aplicação de carregamento cíclico em meio contendo 0,9% NaCl. Foi observada uma redução no limite de resistência à fadiga para a liga Ti6Al4V oxidada termicamente.

**Palavras-chave:** Ti6Al4V; Corrosão-fadiga; Oxidação térmica.

### EFFECT OF THERMAL OXIDATION AND THE ENVIRONMENT CONTAINING 0.9% NaCl IN THE FATIGUE BEHAVIOUR IN LEAGUE Ti6Al4V

#### Abstract

Fatigue and fracture assisted by the environment are responsible for the majority of failures in implants. Due to low tribological properties of Ti alloys, the thermal oxidation technique has been evaluated to improve the surface hardness and consequently, to improve the tribological properties of Ti6Al4V alloy. However, despite improved tribological properties of the Ti6Al4V alloy, there is a tendency to reduction of the fatigue limit of the oxide layer. The combined action of body fluid and cyclic loads also need to be investigated. This study evaluated the effect of thermal oxidation in the fatigue limit of the Ti6Al4V in environment containing 0.9% NaCl. It was observed a reduction in the fatigue limit for thermally oxidized Ti6Al4V alloy.

**Key words:** Ti-6Al-4V; Corrosion-fatigue; Thermal oxidation.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 68<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Mestrando, Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (P2CEM), Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.

<sup>3</sup> Graduando, Engenharia de Mecânica, Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.

<sup>4</sup> Graduando, Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.

<sup>5</sup> Prof. Dr., P2CEM e graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

A escolha de um biomaterial metálico a ser utilizado como um dispositivo ortopédico é resultado de uma análise criteriosa das propriedades desse material. Resistência à fadiga é uma das mais importantes características a ser considerada.<sup>(1)</sup> Vários estudos indicam que a fadiga e seus mecanismos são responsáveis pela maior parte das falhas mecânicas de componentes metálicos implantados.<sup>(2-5)</sup> Falhas podem ser desencadeadas por vários fatores, entre eles má seleção do material, erros de projeto, na produção e na colocação do implante, falhas de reparação do osso, ou até mesmo uma combinação desses fatores.<sup>(6)</sup> Em artigo publicado por Chao e López, observou-se que aproximadamente 90% da superfície de fratura de uma prótese de quadril cimentada foi gerada principalmente pelo mecanismo de fadiga.<sup>(7)</sup> Outros artigos têm apontado o processo de fadiga e fraturas assistidas pelo ambiente como sendo responsáveis pela falha de implantes fabricados em aço inoxidável, ligas de Cr-Co e também o Ti6Al4V.<sup>(8-12)</sup>

Além de uma excelente resistência à fadiga, para o bom desempenho de um implante ortopédico é exigida a utilização de materiais capazes de se adequarem as severas condições impostas pelos fluidos corpóreos. Devido a sua melhor resistência à corrosão, biocompatibilidade, maior resistência específica e menor módulo de elasticidade que os outros biomateriais metálicos, o Ti e suas ligas são amplamente usados como implantes ortopédicos.<sup>(13-15)</sup> As propriedades mecânicas e físicas das ligas de Ti combinam-se para prover implantes que são altamente tolerantes a fratura.<sup>(16,17)</sup> Contudo, a baixa resistência ao cisalhamento e ao desgaste são problemas quando o Ti e suas ligas são usados em cirurgia ortopédica.<sup>(17)</sup> Por isso, seu uso tem sido principalmente limitado a utilização da liga Ti6Al4V, pois esta apresenta maior resistência mecânica.<sup>(18)</sup>

Para atenuar o efeito nocivo relacionado aos mecanismos do desgaste, a técnica de oxidação térmica tem ganhado destaque devido à simplicidade de aplicação e obtenção de bons resultados, quando se investiga a resistência ao desgaste, devido ao aumento da dureza superficial.<sup>(18-22)</sup> O processo de aplicação dessa técnica consiste em aquecer o Ti / ligas de Ti a uma temperatura elevada em atmosfera ambiente e como resultado ocorre o crescimento de uma camada de óxido cujas características dependem da temperatura e tempo de exposição.<sup>(20)</sup>

Na literatura são encontrados estudos mostrando que a boa biocompatibilidade do Ti e suas ligas está relacionada à formação superficial de um filme de óxido passivo que promove a osseointegração entre o material (óxido) e o tecido ósseo. O filme de óxido passivo, formado naturalmente, atua também como barreira protetora contra dissolução iônica, porém é muito fino e pode ser rompido facilmente devido a sua alta dureza e baixa tenacidade.<sup>(19)</sup> O processo de oxidação térmica do Ti e de suas ligas é usado para aumentar a espessura da camada de óxido formada naturalmente, da ordem de 2-5 nm,<sup>(21)</sup> conferir um aumento da dureza superficial e consequente aumento de resistência ao desgaste. Esta técnica tem sido usada nas últimas duas décadas por vários grupos de pesquisa que investigam os mecanismos de formação e crescimento da camada de óxido bem como a interação entre o filme de óxido e o meio fisiológico.<sup>(21-25)</sup>

Outro grande problema do titânio é relativo ao desgaste e propriedades tribológicas em geral. Em aplicação como implante, por exemplo, o atrito produz facilmente partículas de desgaste, chamadas de *debris*, que quando liberadas no organismo produzem reações inflamatórias que podem resultar em graves tumores. Este processo é conhecido como “metalose”. Há relatos de severos danos ao paciente

nas imediações do implante devido à metalose. O processo de oxidação térmica foi inicialmente desenvolvido por grupos de pesquisa europeus<sup>(20)</sup> para produzir uma camada com atributos tribológicos mais atraentes à aplicação em componentes automotivos como superfícies de contato de dentes de engrenagem. Há estudos dirigidos ao desenvolvimento da técnica contratados por equipes de Fórmula 1, por exemplo. Além disso, observa-se o potencial da técnica para melhorar as propriedades tribológicas do material para uso em implantes.

No entanto, apesar da comprovada eficiência da camada de óxido no aumento da resistência ao desgaste e corrosão-desgaste,<sup>(19)</sup> trabalhos encontrados na literatura tem mostrado uma redução no limite de resistência à fadiga da liga Ti6Al4V quando comparado ao material sem presença de oxidação térmica.<sup>(26,27)</sup> Ainda, danos na camada de óxido associados à ação combinada dos fluidos corpóreos e condições de carregamento poderão desencadear o processo conhecido por corrosão-fadiga e estes fenômenos precisam ser investigados.

O fenômeno de fadiga, por definição, é conhecido como a ruptura progressiva que ocorre em componentes e/ou estruturas devido à imposição de solicitações dinâmicas e cíclicas quando em serviço. Pode ser entendida como solicitações cíclicas a variação da tensão aplicada sobre um determinado componente ao longo do tempo. Em geral, a aplicação de tensões variáveis faz com que ocorram deformações plásticas localizadas. Estas deformações levam o material a iniciar um processo de deterioração progressiva, dando origem à trinca, a qual cresce até atingir um tamanho crítico, suficiente para a ruptura final de maneira catastrófica.<sup>(7)</sup>

Para fins de estudos sobre o comportamento em fadiga dos materiais metálicos, o fenômeno de fadiga pode ser reproduzido por meio de um ensaio baseando-se na norma ASTM 466-07.<sup>(28)</sup> O método básico de apresentação de dados do ensaio de fadiga é através da curva S-N, também chamada de curva de Wöhler. É lançado num gráfico o valor da tensão S contra o número de ciclos N necessários para que ocorra, ou não, a fratura, em que N normalmente é apresentado em escala logarítmica.

Os ensaios de fadiga a baixas tensões são geralmente levados até  $10^7$  ciclos. Para alguns poucos materiais, como o aço e o titânio, a curva S-N se torna horizontal em uma determinada tensão limite. Abaixo desta tensão chamada de limite de resistência à fadiga, o material pode presumivelmente suportar um número infinito de ciclos sem que ocorra ruptura.<sup>(29)</sup>

Para o caso em que um componente esteja sujeito a esforços cíclicos em um meio capaz de atacar química ou eletroquimicamente o material exposto, são verificadas condições para a implantação do fenômeno de corrosão sob fadiga. Normalmente os metais que podem sofrer esse tipo de ataque são aqueles que possuem uma camada protetora, por exemplo, um óxido que produza resistência a um meio que tenderia a atacar o metal.<sup>(30)</sup> As fraturas mecânicas sucessivas, durante a propagação da trinca de fadiga, são capazes de romper de forma continua as camadas protetoras e expõem o material ativo à ação do ambiente corrosivo. Esse processo se caracteriza em maior extensão pela ocorrência do desaparecimento do limite de fadiga, de forma que, mesmo para baixas tensões, ainda haja um número de ciclos que irá conduzir à fratura do componente.<sup>(30)</sup> Neste caso, o limite de fadiga é definido arbitrariamente para um número de ciclos específico.<sup>(1)</sup> Ligas de titânio podem estar sujeitas a esse tipo de ataque.

Com base nas informações até aqui apresentadas esse trabalho tem como proposta investigar a influência da formação de uma camada de óxido desenvolvida na

superfície da liga Ti6Al4V, resultante do processo de oxidação térmica, no comportamento em fadiga e em corrosão-fadiga.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

A liga Ti6Al4V grau 1 utilizada neste trabalho foi doada pela empresa MDT - Indústria e Comércio de Importação e Exportação de Implantes Ortopédicos LTDA (Rio Claro-SP). O material foi adquirido na forma de tarugos com 12 mm de diâmetro e após o recebimento um pequeno pedaço do tarugo foi cortado para avaliação da microestrutura por meio da técnica de microscopia ótica. Em seguida para realização desse estudo foi necessário determinar uma rota de oxidação térmica que seria aplicada aos corpos de prova, após preparação adequada, com a finalidade de formar a camada de TiO<sub>2</sub> na superfície da liga Ti6Al4V.

Os parâmetros da rota de oxidação térmica (temperatura, tempo e meio) são definidos dependendo das características e da espessura da camada de óxido que se pretende obter.<sup>(20)</sup> Com base em trabalhos já publicados, no trabalho desenvolvido por Espíndola, foi possível verificar que a camada de óxido formada à temperatura de 700°C apresentou baixa resistência à corrosão-desgaste, em razão da presença de porosidade e defeitos gerados durante o processo de oxidação térmica. Também foi verificado que para amostras oxidadas termicamente até a temperatura de 500°C a taxa de desgaste foi consideravelmente mais elevada e foi apontada a temperatura de 600°C como sendo a melhor temperatura para oxidação térmica da liga Ti6Al4V quando é necessária boa resistência sob corrosão-desgaste<sup>(19,22)</sup>.

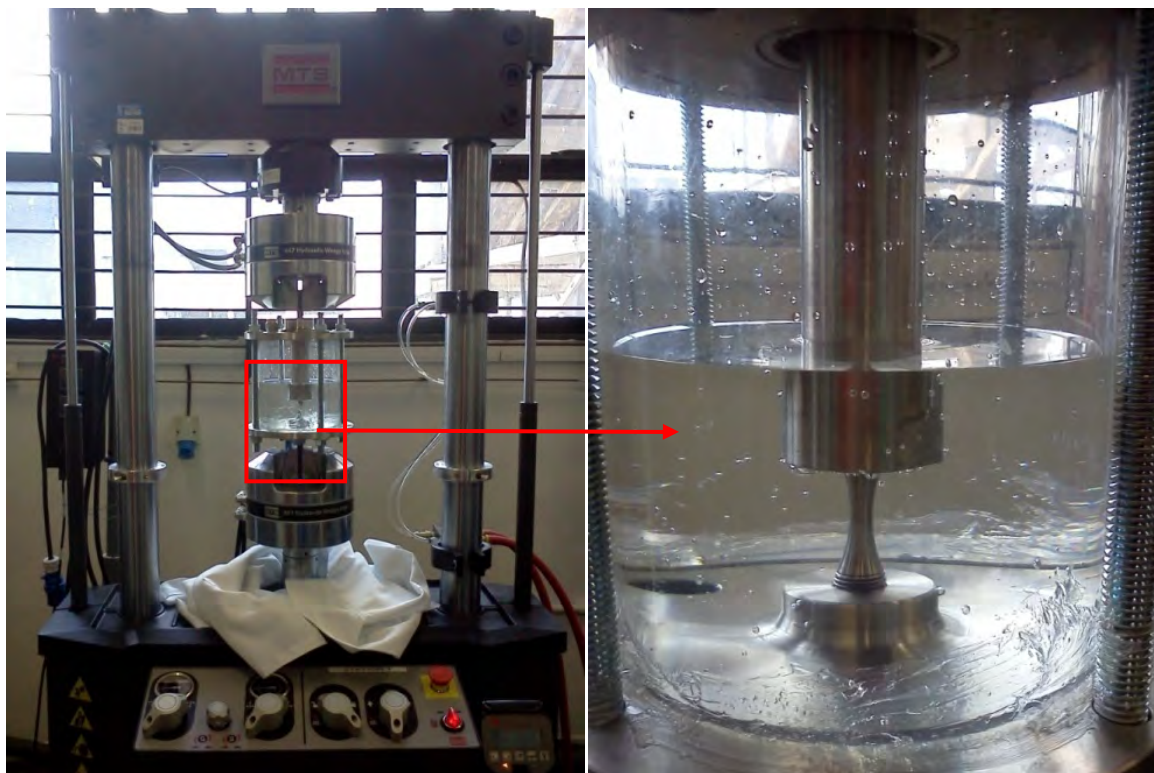
Assim, no presente estudo a temperatura de oxidação térmica foi determinada com base nos resultados obtidos por Espíndola e também no trabalho desenvolvido por Zimmer,<sup>(19,26)</sup> nos quais foram mostrados que amostras da liga Ti6Al4V oxidadas termicamente à temperatura de 600°C em atmosfera ambiente apresentou maior resistência a corrosão-desgaste e limite de fadiga, respectivamente, quando comparada as amostras oxidadas termicamente à temperatura mais elevada. Enfim, definiu-se a temperatura de 600°C para evitar alterações microestruturais que podem ocorrer a temperaturas maiores, e para que o tempo de tratamento seja reduzido significativamente, comparado com o processo à temperatura de 550°C.

Para comprovar a formação da camada de óxido, a partir dos tarugos da liga Ti6Al4V foram cortados pequenos discos com espessura de aproximadamente 5 mm os quais foram lixados (lixas de SiC com granulometria de 120 a 1200), polidos (pasta de diamante de 6 µm e 3 µm) e posteriormente expostos ao processo de oxidação térmica pelo tempo de 5 h. Em seguida, os discos foram cortados ao meio e embutidos em resina acrílica, de maneira que foi possível visualizar a camada de oxidação na direção perpendicular após preparação metalográfica, conforme ASTM E 3-11,<sup>(31)</sup> e ataque químico utilizando o reagente Kroll. Dessa forma, foi possível realizar a medição da espessura da camada de óxido formada sobre a liga Ti6Al4V após o processo de oxidação térmica a temperatura de 600°C por 5h.

Para determinação da resistência à fadiga foi realizado ensaio segundo a norma ASTM E 466-07.<sup>(28)</sup> Os ensaios foram realizados em uma máquina servo-hidráulica MTS Landmark modelo 37010 com célula de carga de 100 kN e, no caso dos ensaios de fadiga em ambiente contendo 0,9% NaCl os testes foram conduzidos com auxílio de um componente acoplado à máquina MTS. Foi desenvolvido um dispositivo (câmara de corrosão) com a finalidade de manter o corpo de prova submerso ao ambiente.

Na Figura 4 são apresentadas a máquina de ensaio e a câmara de corrosão. A razão de carregamento aplicada foi de  $R=0,1$ , ou seja, o carregamento mínimo da curva senoidal é igual a 10% da carga máxima aplicada. O ensaio de fadiga foi conduzido por controle de força e frequência de 30 Hz. Já o ensaio de corrosão-fadiga (fadiga em meio contendo 0,9 % NaCl) foi realizado com frequência de 1,25 Hz, que é a frequência habitual de caminhada de uma pessoa saudável<sup>(32)</sup> e principalmente por que o fenômeno de corrosão é dependente do tempo e uma frequência alta irá reduzir o tempo de exposição do componente ao meio corrosivo. O meio contendo uma concentração de 0,9% de NaCl foi escolhido devido a simplicidade de obtenção, por ser econômico e capaz de representar, com boa aproximação, a agressividade dos fluidos corpóreos.<sup>(1,32)</sup>

Os corpos de prova para o ensaio de fadiga foram usinados baseando-se na ASTM E 466-07.<sup>(28)</sup> Após usinagem foi realizado lixamento da superfície dos corpos de prova a fim de eliminar defeitos de superfície que funcionam como ponto de nucleação de trincas e são capazes de reduzir consideravelmente a vida em fadiga de um componente. Em seguida, os corpos de prova foram separados em dois grupos, no primeiro foi iniciado o ensaio de fadiga ao ar e o segundo grupo foi encaminhado ao processo de oxidação térmica. O equipamento utilizado é um forno modelo INTI FL-1300 com controlador FE50RPN.



**Figura 1.** Máquina onde foram realizados os ensaios de fadiga e câmara de corrosão para realização dos ensaios de corrosão-fadiga.

### 3 RESULTADOS

Na Figura 2 é apresentada a microestrutura da liga Ti6Al4V como recebida. A análise microestrutural foi realizada a fim de verificar se a microestrutura encontra-se de acordo com as normas estabelecidas para aplicação como biomaterial.

Após o recebimento do material foi realizada usinagem de corpos de prova. A Figura 3a apresenta as dimensões dos corpos de prova para o ensaio de fadiga. Na

Figura 3b pode ser observado uma imagem de um corpo de prova após usinagem e antes da aplicação do processo de oxidação térmica e na Figura 3c é apresentado um corpo de prova após o processo de oxidação térmica. A camada de óxido formada após o processo de oxidação térmica foi observada por microscopia eletrônica de varredura. A espessura da camada pode ser observada na Figura 4.



Figura 2. Microestrutura da liga Ti6Al4V composta por grãos refinados das fases  $\alpha$  e  $\beta$ .

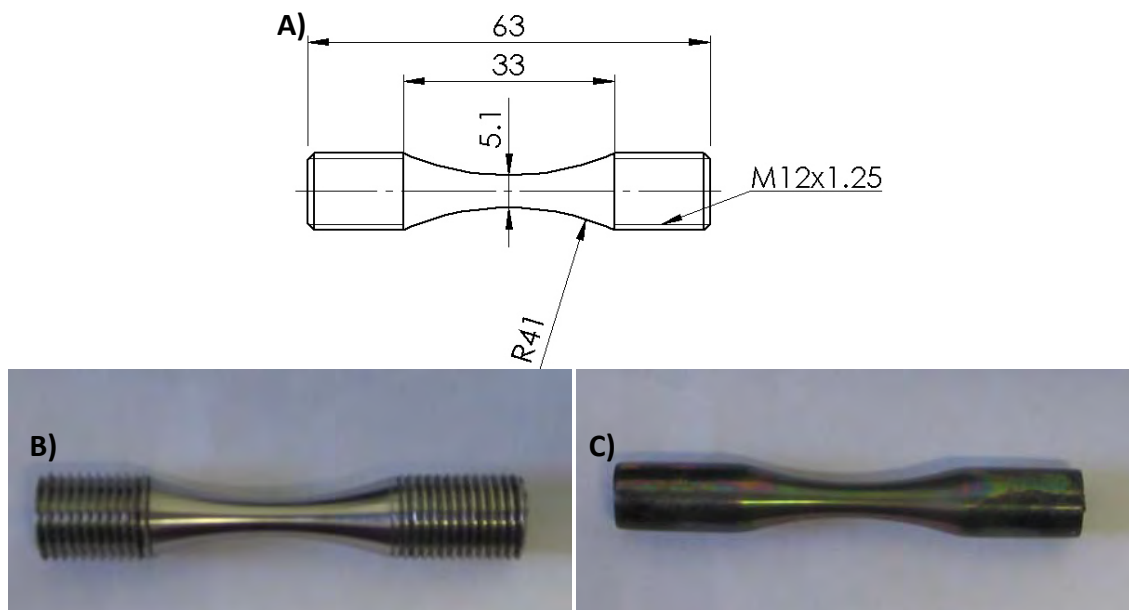


Figura 3. Representação dos corpos de prova para o ensaio de fadiga: (a) modelo baseado na norma ASTM E466-07. (b) corpo de prova usinado para a liga Ti6Al4V como recebida. (c) corpo de prova após oxidação térmica para o ensaio de fadiga.

Os resultados do ensaio de fadiga são apresentados nas Figuras 5 e 6. Na Figura 5 é apresentado o limite de fadiga para a liga Ti6Al4V como recebida. Para o caso em que os corpos de prova foram submetidos ao processo de oxidação térmica a tendência da curva S-N para duas condições distintas: ensaiados ao ar e ensaiados em ambiente contendo 0,9% de NaCl são apresentados na Figura 6. Sendo o

processo de oxidação térmica igual (600°C por 5 h) para as duas condições de ensaio.

Na Figura 7 é apresentada análise por MEV da superfície de fratura de corpos de prova oxidados termicamente e após ensaio de fadiga ao ar e em 0,9% de NaCl. E na Figura 8 podem ser observadas estrias de fadiga para as três condições do ensaio.

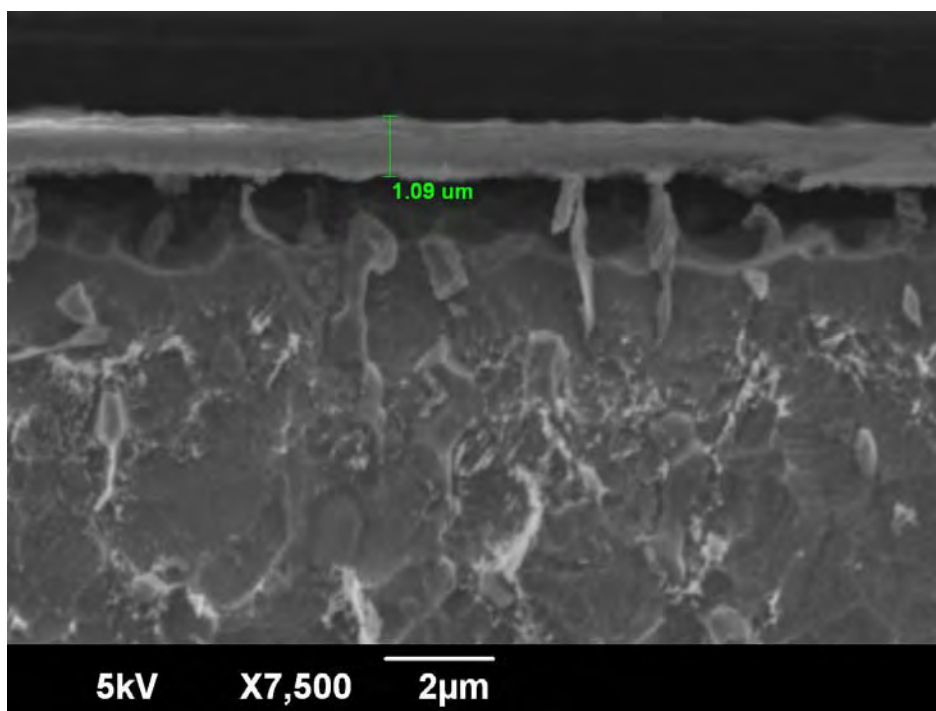


Figura 4. Camada de óxido obtida à temperatura de 600 °C por 5 h, resfriada ao forno.

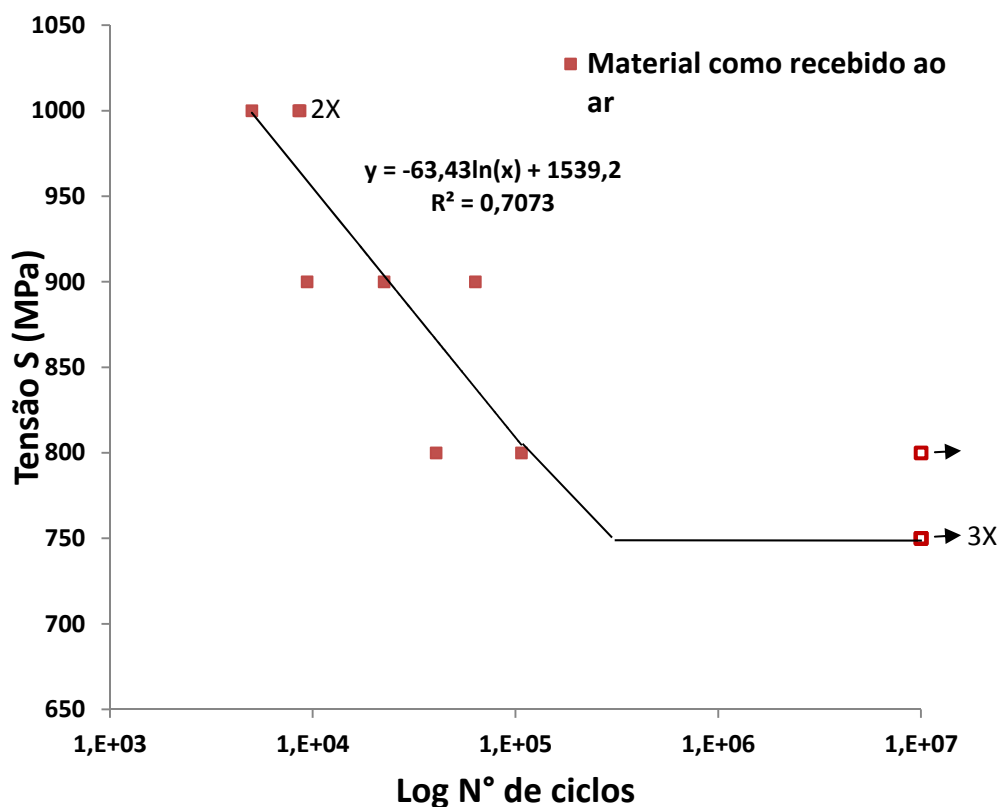
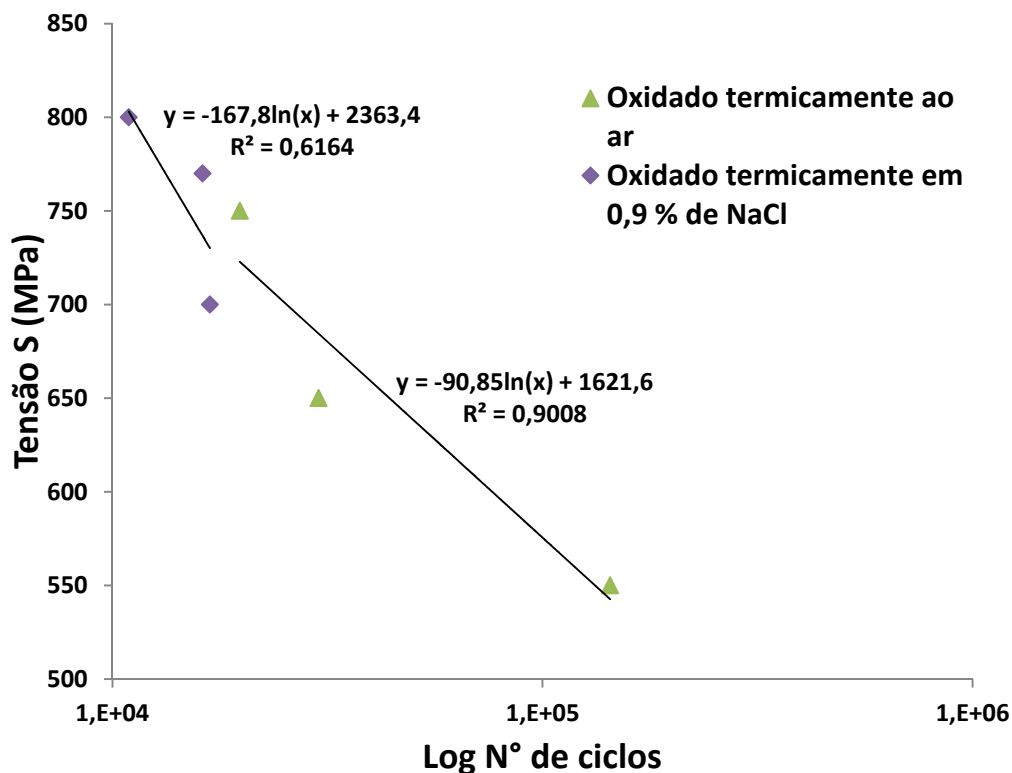
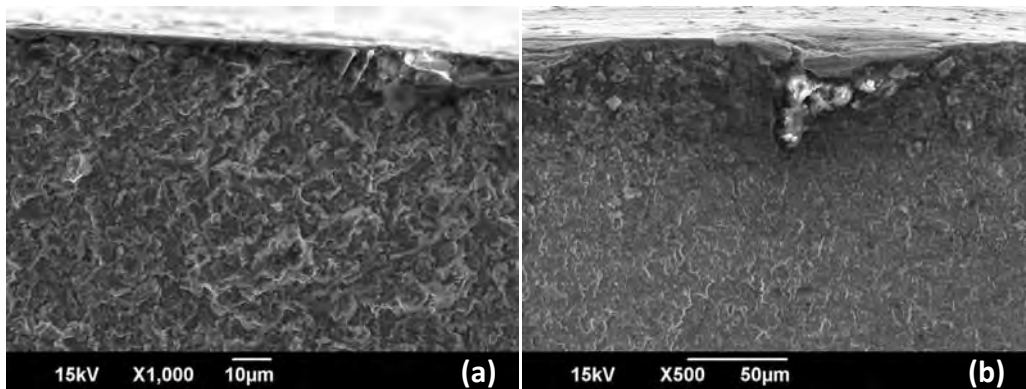


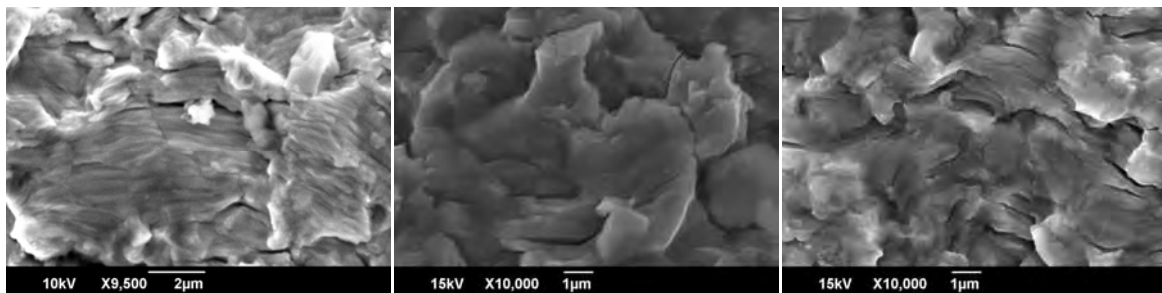
Figura 5. Curva de resistência à fadiga do Ti-6Al-4V como recebido.



**Figura 6.** Curvas de resistência à fadiga do Ti-6Al-4V oxidada a 600 °C por 5 h e ensaiada para duas diferentes condições analisadas, ao ar e em meio contendo 0,9% de NaCl.



**Figura 7.** Região de início da trinca de fadiga a partir do corpo de prova oxidado termicamente e ensaiado ao ar (a) e em 0,9 % de NaCl (b).



**Figura 8.** Estrias de fadiga para as três diferentes condições de ensaio: material como recebido ensaiado ao ar (a), oxidado termicamente e ensaiado ao ar (b) e oxidado termicamente e ensaiado em 0,9 % de NaCl (c).



## 4 DISCUSSÃO

A microestrutura da liga Ti6Al4V na condição como recebida visualizada na Figura 2, evidencia a presença de duas fases, revelando a microestrutura presente nesta liga sendo uma mistura das fases  $\alpha$  e  $\beta$ .<sup>(33)</sup> A fase  $\alpha$  (estrutura hexagonal compacta) é caracterizada como sendo a fase mais clara enquanto que a fase  $\beta$  (cúbica de corpo centrado) é caracterizada pelas regiões escuras. É possível notar uma microestrutura refinada composta de grãos da fase  $\alpha+\beta$  globulares em que há uma distribuição homogênea da fase  $\beta$  na matriz composta pela fase  $\alpha$ , o que está de acordo com a Norma NBR ISO 5832-3 - Implantes para Cirurgia – Materiais Metálicos – Liga Conformada de Ti6Al4V.<sup>(34)</sup>

Na Figura 3c foi observada uma mudança de coloração na superfície do corpo de prova após o processo de oxidação térmica. A mudança ocorre devido ao aumento da espessura da camada do óxido, e como consequência há mudança na interferência da radiação da luz incidente provocando dessa forma a mudança de coloração.<sup>(35)</sup>

A formação da camada de óxido na superfície pode ser verificada na Figura 4. A diferença entre a morfologia da camada e do substrato é nítida. A camada de  $TiO_2$  está localizada na parte superior da figura e apresenta morfologia mais lisa em comparação à morfologia do substrato que se encontra adjacente e abaixo. É notado que a camada de  $TiO_2$  possui uma espessura de aproximadamente 1  $\mu m$  confirmando a ocorrência do fenômeno de oxidação térmica realizado a temperatura de 600°C por 5 h em atmosfera ambiente.

A determinação do limite de resistência à fadiga para o material na condição como recebido, Figura 5, foi possível após realização do ensaio de fadiga. Foram utilizados três corpos de provas para cada nível de tensão dando um total de doze corpos de prova. A literatura relata que o primeiro nível de tensão em um ensaio de fadiga pode ser equivalente ao limite de escoamento do material. A liga Ti6Al4V possui uma faixa de valor para a qual a tensão de escoamento varia entre os valores de 830 MPa (liga recozida) e 1103 MPa (liga tratada termicamente por solução sólida e envelhecida).<sup>(36)</sup> Dessa forma, optou-se por ensaiar o primeiro corpo de prova a tensão de 1.000 MPa. Para os demais corpos de prova, foram utilizadas tensões sucessivamente mais baixas. Por fim, os últimos três corpos de prova foram ensaiados a uma tensão de 750 MPa. Estes não fraturaram até o número de  $10^7$  ciclos caracterizando o limite de resistência à fadiga e sugerindo que a fabricação e aplicação de um componente para a mesma condição de microestrutura e submetido a tensões cíclicas equivalentes a 750 MPa ou abaixo desse valor poderá sofrer um número infinito de ciclos sem que ocorra a falha.

Adicionalmente aos resultados do ensaio de fadiga pode ser visualizada na Figura 6 a tendência da curva S-N para corpos de prova oxidados termicamente a 600°C por 5 h ensaiados em duas diferentes condições, ao ar e em ambiente contendo 0,9% de NaCl. Como pode ser visto até o momento foram ensaiados apenas três corpos de prova para cada condição em que o objetivo inicial foi determinar parte da curva de fadiga e avaliar a resistência à fadiga em função da formação da camada de óxido resultante do tratamento de oxidação térmica e o efeito do meio contendo 0,9% de NaCl.

As tensões de ensaio utilizadas para nas condições ao ar e em 0,9% de NaCl foram mais baixas. O valor do primeiro nível de tensão de ambas as condições foram determinados próximo ao limite de fadiga da condição como recebido. Notou-se para os corpos de prova com presença da camada de óxido uma significativa redução na

vida em fadiga supostamente devido a presença da camada de  $\text{TiO}_2$ . Na condição oxidado e ensaiado ao ar observa-se a fratura de dois corpos de prova a tensões de 750 MPa e 650 MPa ainda em baixo ciclo. Para o ensaio em 0,9% NaCl a fratura em baixo ciclo ocorreu em todos corpos de prova ensaiados.

É encontrado na literatura que a fácil iniciação da trinca pode ser atribuída à diferença significativa entre o módulo de elasticidade na superfície ( $\text{TiO}_2$  – 230 MPa) e o interior da liga (Ti6Al4V - 110 a 120 GPa) e à diferença entre o nível de deformação na camada de  $\text{TiO}_2$  frágil e o substrato metálico mais dúctil para a mesma tensão. Em tal sistema trincas prematuras podem aparecer na superfície a uma tensão mais baixa.<sup>(27)</sup>

É possível observar por meio da inclinação das curvas de tendência que existe uma convergência dos corpos de prova ensaiados em ambiente contendo 0,9% de NaCl fraturem para um menor número de ciclos em relação aos corpos de prova ensaiados ao ar. Este fato pode estar associado à condição agressiva do meio. Após a iniciação de uma trinca de fadiga a camada protetora de óxido é rompida e uma pequena área do material é exposta ao ambiente agressivo. É sugerido que o ambiente ataca o material e promove um aumento na velocidade de propagação da trinca diminuindo dessa forma a vida em fadiga do componente. No entanto, são necessários mais ensaios para confirmação desse fenômeno.

A partir da análise por MEV foi observado para os corpos de prova oxidados termicamente que a formação da trinca de fadiga ocorreu a partir de um ponto na superfície visualizado nitidamente na Figura 7. Este ponto aparentemente pode estar relacionado à presença de um defeito na camada de óxido que facilitou a iniciação da trinca durante o ensaio de fadiga. Em relação à propagação da trinca, na Figura 8 foi observada a presença de estrias de fadiga. Estas estrias aparentemente não possuem diferenças significativas em sua morfologia sugerindo que a etapa de propagação da trinca de fadiga foi invariável e não sofreu influência do meio ao qual os corpos de prova foram ensaiados. Entretanto, ainda é necessária uma investigação mais detalhada a fim de se confirmar tal fato.

## 5 CONCLUSÕES

A aplicação do processo de oxidação térmica a temperatura de 600 °C durante 5 h resultou na formação de uma camada de óxido com aproximadamente 1  $\mu\text{m}$  de espessura.

O limite de fadiga foi reduzido significativamente quando comparado corpos de prova sem e com presença da camada de  $\text{TiO}_2$ . Entretanto para este último caso o processo de fadiga foi investigado em um número de amostras insuficientes mostrando apenas uma tendência dos resultados. Dessa forma, é necessário a realização de mais ensaios para determinação do limite de fadiga das condições oxidadas e ensaiadas ao ar e em 0,9% de NaCl.

## Agradecimentos

FINEP, CAPES, CNPq, MDT – Ind. Comer. Impor. Exp. de Implantes Ortopédicos.

## REFERÊNCIAS

- 1 ANTUNES, R.A.; DE OLIVEIRA, M.C.L., Corrosion fatigue of biomedical metallic alloys: Mechanisms and mitigation / Acta Biomaterialia 8, 937–962, 2012.

- 2 NIINOMI, M., Fatigue characteristics of metallic biomaterials. *Int J Fatigue*;29:992–1000, 2007.
- 3 VADIRA, J. A.; KAMARAJ, M., Effect of surface treatments on fretting fatigue damage of biomedical titanium alloys. *Tribol Int*; 40:82–8, 2007.
- 4 FLECK C.; EIFLER D. Corrosion, fatigue and corrosion fatigue behavior of metal implant materials, especially titanium alloys. *Int J Fatigue*; 32:929–35, 2010.
- 5 GIORI N. J., Unexpected finding of a fractured metal prosthetic femoral head in a nonmodular implant during revision total hip arthroplasty. *J Arthroplasty*; 25:659 e 13–5, 2010.
- 6 AZEVEDO, C. R. F.; HIPPERT JR., E., *Cad. Saúde Pública*, Rio de Janeiro, 18(5):1347-1358, 2002.
- 7 CHAO J.; LÓPEZ V. Failure analysis of a Ti6Al4V cementless HIP prosthesis. *Eng Fail Anal*;14:822–30, 2007.
- 8 GRIZA, S. et al. Case study of Ti6Al4V pedicle screw failures due to geometric and microstructural aspects. *Engineering Failure Analysis*, v. 25, p. 133-143, 2012.
- 9 GRIZA, S.; REGULY, A.; STROHAECKER, T. R.. Total hip stem failure due to weld procedure and material selection misuse. *Engineering Failure Analysis*, v. 17, p. 555-561, 2010.
- 10 GRIZA, S.; ZIMMER C.G.; REGULY, A.; STROHAECKER, T. R. A case study of subsequential intramedullary nails failure. *Engineering Failure Analysis*, v. 16, p. 728-732, 2009.
- 11 GRIZA, S.; et al. Design aspects involved in a cemented THA stem failure case. *Engineering Failure Analysis*, v. 16, p. 512-520, 2009.
- 12 GRIZA, S. et al. Acetabular metal backed fatigue due to severe wear before revision. *Engineering Failure Analysis*, v. 16, p. 2036-2042, 2009.
- 13 GABRIEL, S. B., Processamento e caracterização de ligas de Ti-Mo-Ni para aplicações biomédicas. Tese de Doutorado. UFRJ/COPPE, Rio de Janeiro, 2008.
- 14 LI, S. J., et al., Fatigue properties of a metastable  $\beta$ -type titanium alloy with reversible phase transformation, *Acta Biomaterialia*, v. 4, 2008.
- 15 KIM, H. Y., et al., Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti-Nb binary alloys, *Acta Materialia*, v. 54, 2006.
- 16 TADDEI, E.B., et al., Production of new titanium alloys for orthopedic implants, *Materials Science and Engineering*, v. C24, 2004.
- 17 HE, G., HAGIWARA, M., Bimodal structured Ti base-alloy with large elasticity and low Young's modulus, *Materials Science and Engineering C*, v. 25, 2005.
- 18 ANDO, T., et al., Microstructure and mechanical properties of a high nitrogen titanium alloy, *Materials Science and Engineering A*, v. 486, 2008.
- 19 ESPÍNDOLA, E. S., Influência da Oxidação Térmica sobre as propriedades de superfície do Titânio e da liga Ti-6Al-4V para aplicações Biomédicas e Odontológicas. Dissertação de Mestrado, DEM/PGCEM - UDESC, Joinvile, 2008.
- 20 DONG H., et al, Surface oxidation of a titanium or titanium alloy article, EP0925381/US patent 6210807, 2001.
- 21 LEINENBACH, C.; EIFLER, D. Influence of oxidation treatment on fatigue and fatigueinduced damage of commercially pure titanium, *Acta Biomaterialia*, v. 5, p. 2810–2819, 2009.
- 22 GÜLERYÜZ, H., CIMENOGLU, H., Effect of thermal oxidation on corrosion and corrosion-wear behaviour of a Ti–6Al–4V alloy. *Biomaterials*;25:3325–33, 2004.
- 23 GARCIA-ALONSO M. C., et al, In vitro corrosion behaviour and osteoblast response of thermally oxidized Ti6Al4V alloy. *Biomaterials*;24:19–26, 2003.
- 24 HODGSON, A. W. E., MUELLER, Y., FORSTER, D, VIRTANEN, S., Electrochemical characterisation of passive films on Ti alloys under simulated biological conditions. *Electrochim Acta*;47(12):1913–23, 2002.
- 25 LI, L. H., et al., Biocompatibility of titanium implants modified by microarc oxidation and hydroxyapatite coating. *J Biomed Mater Res A*;73(1):48–54, 2005.

- 26 ZIMMER, C. G., Influência da oxidação térmica sobre as propriedades de fadiga da liga Ti-6Al-4V, Dissertação de Mestrado, PPGE-3M/UFRGS, Porto Alegre, 2011.
- 27 LI, C.X. et al. Effect of ceramic conversion surface treatment on fatigue properties of Ti6Al4V alloy / International Journal of Fatigue, v. 29, 2273–2280, 2007.
- 28 ASTM E466-07, Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials, 2010.
- 29 DIETER, G. E.; Mechanical Metallurgy, Mc Graw-Hill, 1981.
- 30 GENTIL, V., Corrosão. 5<sup>a</sup>. Ed. – Rio de Janeiro: LTC, 1996.
- 31 ASTM E 3-01, Preparation of Metallographic Specimens, 2011.
- 32 YU, J., ZHAO, Z. J. and LI, L. X., Corrosion fatigue resistances of surgical implant stainless steels and titanium alloy, Corrosion Science, Vol. 35, N 14, pp. 587-597, 1993.
- 33 HANDBOOK Metals 9, Metallography and Microstructures, ASTM International.
- 34 NBR ISO 5832-3, Implants for surgery -- Metallic materials-- Part 3: Wrought titanium 6-aluminium 4-vanadium alloy, 1996.
- 35 KUMAR, S.; *et al.* Thermal oxidation of CP-Ti: Evaluation of characteristics and corrosion resistance as a function of treatment time. Materials Science and Engineering C, India, v. 29, p. 1942–1949, 2009.
- 36 CALLISTER, Jr., W. D., Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução. 7<sup>a</sup> Ed. Tradução: Sérgio Murilo Stamile Soares, Rio de Janeiro, editora LTC, 2008.