

INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE OXIDAÇÃO TÉRMICA NO COMPORTAMENTO À FADIGA DA LIGA TI-6AL-4V*

Gustavo Dória Lima¹
Isau de Souza Alves Junior²
Brenno Lima Nascimento³
Marcos Menino de Macedo Filho⁴
Matheus Porto Trindade⁵
Sandro Griza⁶

Resumo

O tratamento de oxidação térmica da liga Ti-6Al-4V foi realizado ao ar a 600 °C durante 2h, 5h e 10 h. O comportamento à fadiga foi analisado e comparado com aquele da liga não tratada. Foi feita caracterização através de análise por microscopia ótica e eletrônica, difração de raios-x e medição da rugosidade. Os resultados do DRX demonstraram crescimento dos picos de rutilo. Verificou-se um aumento na espessura média da camada formada de 0,12 µm para 1,09 µm ao elevar a duração do tratamento de 2 para 10 h. Os resultados apontaram redução de resistência a fadiga de 35 % para amostras oxidadas durante 2 h, 27 % para amostras oxidadas por 5 h e 29 % para as amostras tratadas durante 10 h, em relação ao ensaio com corpos de prova não submetidos ao tratamento. O efeito prejudicial causado pela camada formada após oxidação de 2 h foi tão danoso quanto o causado pela camada formada após 10 h, apesar da diferença entre as espessuras das camadas. A morfologia encontrada nas amostras fraturadas indicou fragilização na superfície das amostras oxidadas, contribuindo para a nucleação de trincas iniciais nos primeiros ciclos de fadiga na camada que favoreceram a propagação de fadiga, independentemente da espessura de camada.

Palavras-chave: Titânio; Ti-6Al-4V; Fadiga; Oxidação Térmica.

INFLUENCE OF THERMAL OXIDATION PARAMETERS ON FATIGUE BEHAVIOUR OF TI-6AL-4V ALLOY

Abstract

The thermal oxidation treatment of the Ti-6Al-4V alloy was realized in the air at 600 °C for 2h, 5h and 10h. The fatigue behavior was analyzed and compared to that of the untreated alloy. Characterization was made through optical and electron microscopy analysis, x-ray diffraction and roughness measurement. The XRD results showed growth of rutile peaks. There was an increase in the average thickness of the formed layer from 0.12 µm to 1.09 µm by increasing the treatment duration from 2 to 10 h. The results indicated reduction of fatigue strength of 35% for oxidized samples for 2 h, 27% for oxidized samples for 5 h and 29% for samples treated for 10 h, in relation to the test with untreated specimens. The detrimental effect caused by the layer formed after oxidation of 2 h was as damaging as that caused by the layer formed after 10 h despite the difference between the thicknesses of the layers. The morphology found in the fractured samples indicated surface embrittlement of the oxidized samples, contributing to the nucleation of initial cracks in the first cycles of fatigue in the layer that favored the propagation of fatigue, independent of the layer thickness.

Keywords: Titanium; Ti-6Al-4V; Fatigue; Thermal Oxidation.

¹ Engenheiro Mecânico, Doutorando/Docente, Universidade Federal de Sergipe (UFS) / Instituto Federal de Alagoas (IFAL), Coruripe, Alagoas, Brasil.

- ² *Graduando em Engenharia Mecânica, Bolsista, Departamento de Engenharia de Mecânica (DMEC), Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.*
- ³ *Graduando em Engenharia Mecânica, Bolsista, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais (DCEM), Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.*
- ⁴ *Engenheiro Mecânico, Especialização em Segurança do Trabalho, Técnico de Manutenção, Petrobras, Campos dos Goytacazes, Rio de Janeiro, Brasil.*
- ⁵ *Engenheiro Mecânico, Mestrando, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (P2CEM), Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.*
- ⁶ *Engenharia Mecânica, Doutor, docente, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, Aracaju, Sergipe, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

As ligas de titânio têm grande potencial para aplicações em diversas áreas da engenharia, devido a sua elevada resistência específica, baixo módulo de elasticidade, além da biocompatibilidade e elevada resistência à corrosão. Entretanto, estas ligas possuem baixa resistência ao desgaste envolvendo superfícies em contato sob pressão e deslizamento [1]. Essa deficiência motivou o desenvolvimento de tratamentos superficiais com a finalidade de elevar a resistência ao desgaste [2]. A oxidação térmica é um dos tratamentos que tem sido propostos.

A oxidação térmica é um método considerado simples e de baixo custo. Anunciado por Dong e Bell [1], possui grande potencial para aplicação em componentes de titânio que operam em contato sob pressão, nas mais diversas áreas, assim como próteses ortopédicas, engrenagens de máquinas e outros. O processo consiste em aquecer a liga de titânio a uma temperatura elevada em atmosfera oxidante e como resultado ocorre o crescimento da camada de óxido, cujas características dependem do controle da temperatura e do tempo de exposição.

Fadiga é um tipo de falha associada a esforços cíclicos, responsável por grande parte das falhas em equipamentos mecânicos. A fadiga é fortemente influenciada pelas condições superficiais do material [3]. Portanto, o tratamento de oxidação pode influenciar a resistência à fadiga em ligas de titânio [3,4].

Dentro deste contexto, é viável realizar estudos que permitam correlacionar os parâmetros da oxidação térmica e a resistência à fadiga. No presente estudo, a influência do tempo de tratamento de oxidação no comportamento à fadiga da liga Ti-6Al-4V foi analisado. Visando maior confiabilidade dos resultados aplicou-se técnicas estatísticas para levantamento das curvas de fadiga. Os resultados deste estudo poderão ainda motivar a maior aplicação da oxidação térmica, uma vez que se trata de um processo relativamente simples e de baixo custo, que possui relevante efeito na superfície das ligas.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado no presente estudo foi o titânio Ti-6Al-4V grau 5 (ASTM F136/NBR ISO 5832-3). O tratamento foi realizado inserindo as amostras no forno à temperatura desejada e ar ambiente com posterior resfriamento no próprio forno. Para o desenvolvimento do estudo, selecionou-se a temperatura de 600 °C, com tempos de oxidação de 2 h, 5 h e 10 h. A escolha destes parâmetros foi devido aos resultados de Espíndola [5], que constatou que as ligas oxidadas a 600 °C durante 5 h apresentaram menores taxas de corrosão-desgaste e boa aderência. Para verificar a variação do comportamento à fadiga em função do tempo foi selecionado o tempo de tratamento de 2 h, para o qual Ebrahimi et al. [3] verificou um ligeiro aumento da resistência à fadiga da liga Ti-4Al-2V se comparada com a liga sem tratamento. Foram selecionados os tempos de 5h e 10 h adicionais para avaliar a evolução do comportamento à fadiga e comparar com as demais condições estudadas.

Foram levantadas, então, as curvas de fadiga para estas condições e realizada caracterização das amostras utilizando microscopia ótica e eletrônica de varredura (MEV), Difração de Raios-X (DRX), bem como medição da rugosidade.

Realizaram-se metalografias (norma ASTM E3-11) da liga antes e após a oxidação, para avaliação da microestrutura presente. Para este procedimento, foi feita análise de microscopia ótica utilizando microscópio ótico (Leica DM 2500M). Foi utilizado o equipamento JEOL JCM-5700 CARRY SCOPE para análises de MEV. O

procedimento possibilitou a medição da camada de óxidos formada após as oxidações térmicas e também identificar a morfologia da fratura pós fadiga.

As medidas de rugosidade R_a foram realizadas nos corpos de prova de fadiga para cada condição (sem oxidação e após oxidações). As medições foram realizadas seguindo parâmetros estabelecidos pela norma ISO D 7197, utilizando rugosímetro MITUTOYO SJ-410. O raio da ponta do apalpador foi de $2,5 \mu\text{m}$ e foi usado um comprimento de amostragem equivalente a 5 vezes $0,25 \mu\text{m}$.

Foi realizado ensaio de DRX na liga antes e posterior ao tratamento de oxidação térmica. Estes últimos foram feitos para cada amostra oxidada a 600°C durante 2 h e 5 h. Para o procedimento, foi utilizado um difratômetro (Shimadzu XRD-600), aplicando a técnica de ângulo rasante. Foi utilizada fonte de radiação de $\text{Cu-K}\alpha$ com incidência de $2^\circ/\text{min}$ entre $10^\circ - 90^\circ$. Utilizou-se incremento de $0,02^\circ$ e tempo de 1 segundo.

Foram feitos ensaios de fadiga em máquina servo-hidráulica (MTS LANDMARK 3010) com célula de carga de 100 kN. Aplicou-se a frequência de 30 Hz e $R=0,1$ ao ar. Foi considerada vida infinita para os corpos de prova que não romperam até 5×10^6 ciclos. Os corpos utilizados foram baseados na norma ASTM E449 (2017). Estes foram usinados em torno CNC. O desenho do corpo de prova pode ser visto na Figura 1.

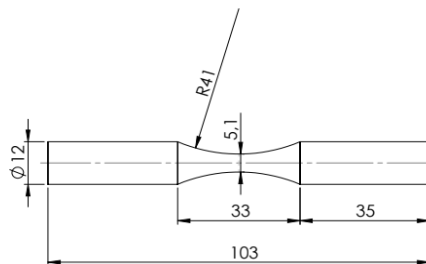


Figura 1. Desenho mostrando a forma e dimensões dos corpos de prova utilizados no ensaio.

Para levantar as curvas S-N foi utilizado método *staircase* descrito pela norma BS ISO 12107, testando 14 corpos de prova: 8 para a parte finita e 6 para a parte infinita da curva S-N. Foram geradas 4 curvas S-N, uma para a liga sem oxidação térmica e outras para a liga sujeita a oxidação à 600°C , uma para cada tempo de oxidação de 2 h, 5 h e 10 h. Antes da realização do tratamento térmico os corpos foram lixados com lixa de até 1200 Mesh, visando obter melhor qualidade superficial. Para melhor tratamento estatístico, foram seguidas recomendações previstas na norma ASTM E739.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1. Metalografia da liga

A microestrutura da liga como recebida (Figura 2.a) e da liga oxidada por 10 h (Figura 2.b), evidencia a presença da fase α (regiões claras) e β (regiões escuras) [10]. A configuração característica da fase $\alpha + \beta$ globulares, com distribuição homogênea da fase β na fase α , resulta em boas propriedades mecânicas e elevada resistência à corrosão [11]. Por meio da comparação entre as imagens da Figura 8 percebe-se que as condições empregadas no tratamento não foram capazes de alterar significativamente a microestrutura presente no substrato da liga. Ao analisar

a região superficial da amostra oxidada por 10 h (Figura 2.b), podemos perceber, mesmo que sutilmente, que ocorreu uma camada do substrato mais clara, que, portanto, apresenta menor quantidade de beta. Assim chamada camada alfa é bastante comum em ligas de titânio expostas a oxidação térmica, visto que o oxigênio reage facilmente com o Ti e estabiliza a camada alfa [4].

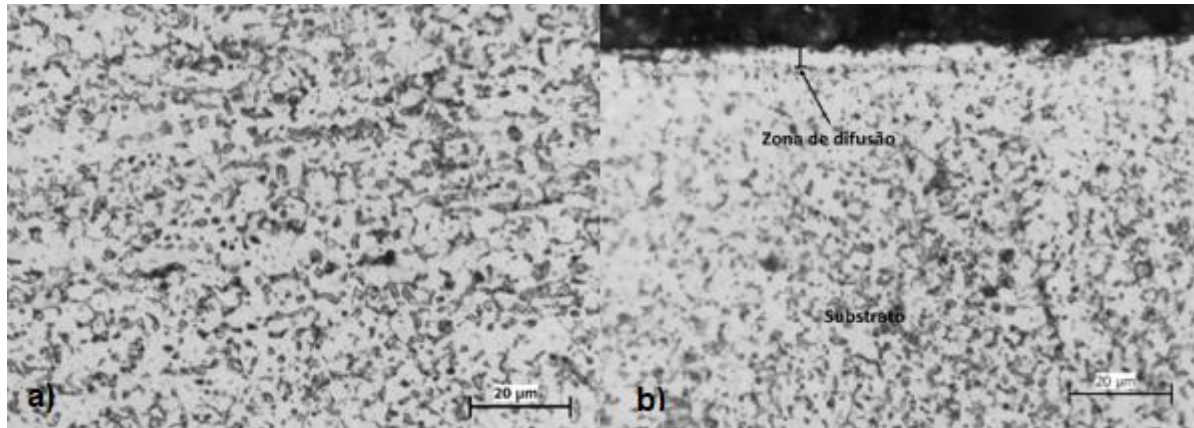


Figura 2. a) Microestrutura da liga Ti-6Al-4V composta por grãos refinados da fase α e β sem oxidação. b) Região do substrato composta por grãos refinados na fase α e β e zona de difusão da amostra oxidada por 10 h.

3.1. Difração de Raios-X

A Figura 3 apresenta os resultados de DRX em ângulo rasante para quatro condições analisadas. A análise detectou picos em diferentes ângulos de difração correspondentes às fases α -Ti e β -Ti para amostras sem tratamento. Já para as amostras oxidadas, nota-se crescimento de picos correspondentes ao rutilo (R), que é composto basicamente por óxido de titânio (TiO_2). Isto evidencia a formação da camada de óxido nas amostras tratadas. Observa-se, também, que o pico referente à fase β -Ti do titânio é suprimida e os picos referentes às fases α -Ti ainda estão presentes. A análise em ângulo rasante favorece a detecção de fases mais próximas da superfície. Assim, sugere-se que a extinção do pico referente à fase β foi provocada devido a absorção e difusão de oxigênio no substrato (zona de difusão), que ocupou os espaços intersticiais do titânio e favoreceu a formação e estabilização da fase α -Ti. De maneira geral, foi observado que o aumento no tempo e na temperatura de tratamento tornam mais evidentes os picos de rutilo se [12, 13, 14, 15].

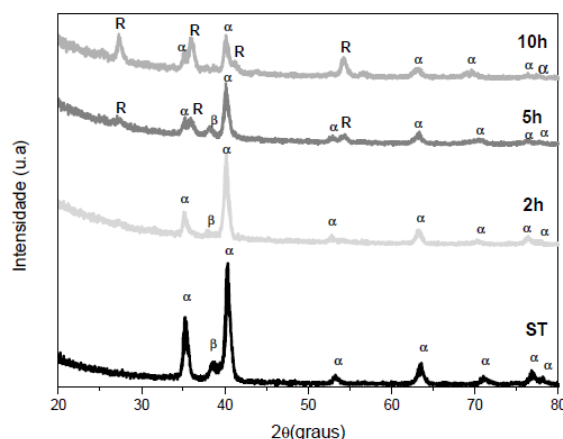


Figura 3. DRX para a liga sem tratamento e oxidada a 600°C durante 2h, 5 h e 10h (α – fase alfa, β – fase beta, R – Rutilo).

3.2. Ensaio de Rugosidade

A Figura 4 mostra os resultados para a rugosidade através do parâmetro R_a referentes a cada condição utilizada. A análise serviu para verificar a evolução deste parâmetro ao elevar o tempo de tratamento de oxidação. A amostra que não foi submetida ao tratamento de oxidação foi denominada ST. O valor da rugosidade (R_a) média da amostra sem tratamento e da amostra oxidada por 10 h foi de 0,054 μm e 0,087 μm , respectivamente. Este aumento pode ser atribuído ao mecanismo de crescimento da camada de óxido [14]. À medida que o tempo aumenta a camada se torna porosa e desenvolve estrutura estratificada, que eleva a rugosidade da superfície [15].

Ao aplicar a análise de variância ANOVA, seguida pelo teste de Newman-Keuls, foi verificado que as amostras oxidadas por 5 h e 10 h apresentaram significativa diferença estatística, considerando $p < 0,05$. A amostra oxidada por 10 h apresentou maior diferença se comparada à amostra não tratada.

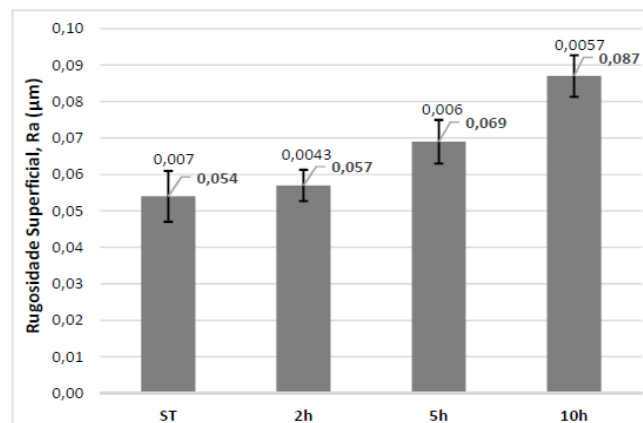


Figura 4. Rugosidade superficial (R_a) para amostras sem tratamento e oxidadas por 2, 5 e 10 h.

3.3. Medição da Camada

Foram obtidas imagens no MEV do corte transversal das amostras (Figura 5). É possível observar a camada de óxido formada após os tratamentos. Constatou-se que a elevação no tempo de tratamento provocou aumento na espessura da camada. Foram obtidas espessuras médias de 0,12 μm , 0,68 μm e 1,09 μm para amostras oxidadas durante 2, 5 e 10 h, respectivamente (Tabela 1).

Após aplicar a análise de variância ANOVA, seguida pelo teste de Newman-Keuls, constatou-se que a espessura da camada oxidada por 2 h é estatisticamente inferior à oxidada por 5 e 10 h, as quais, por sua vez, não apresentam diferença significativa de espessura, apesar da tendência de maior espessura da camada a 10 h. Isso indica que há a tendência de saturação da espessura da camada para maior tempo de tratamento, o que provoca redução da taxa de crescimento com o tempo de oxidação.

A mesma tendência foi encontrada por Dong e Bell [1], que reportou estagnação no crescimento da camada para tempos longos de exposição. Isto pode ser atribuído à redução na taxa de difusão, uma vez que ocorre o acúmulo de átomos de oxigênio

nos espaços intersticiais da estrutura atômica da liga à medida que a camada de óxidos cresce na superfície. O acúmulo dificulta o processo de difusão, pois ocorre redução gradativa dos espaços intersticiais e provoca redução da taxa de difusão e, consequentemente, na velocidade de crescimento da camada.

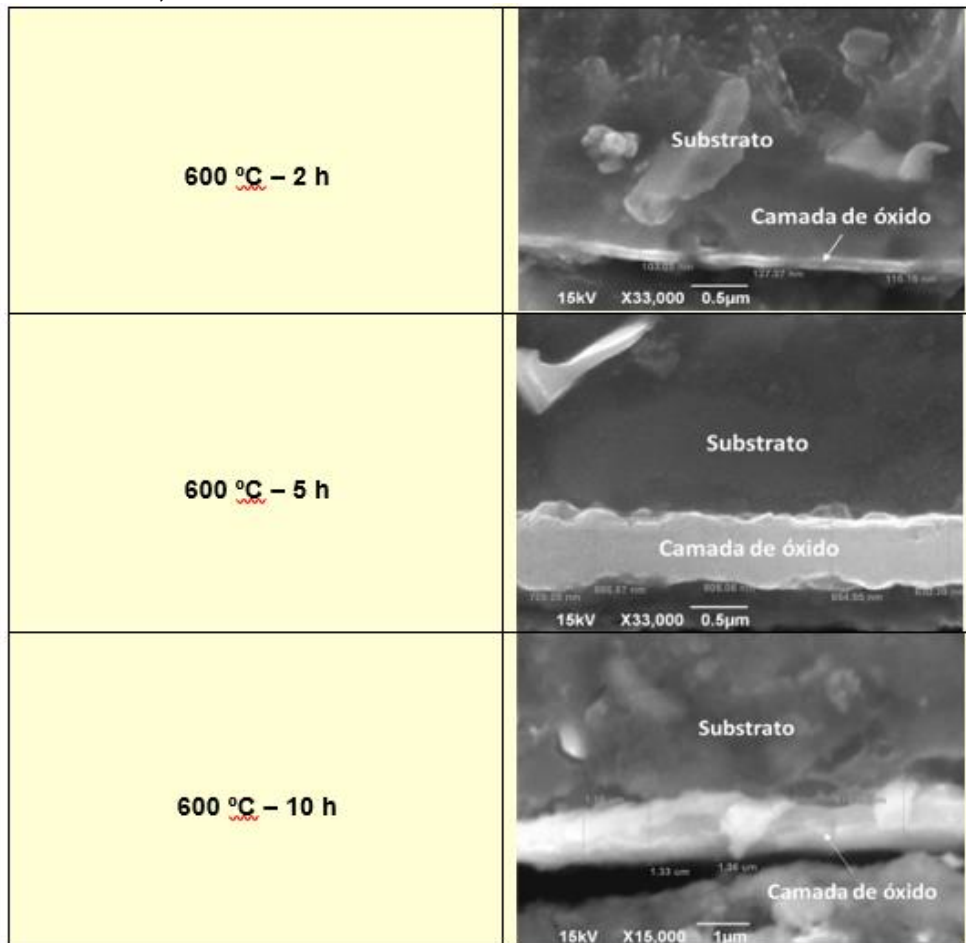


Figura 2. Imagens do corte transversal das amostras obtidas no MEV para os tempos de 2, 5 e 10 h.

Tabela 1. Espessura média da camada de óxido

	Média (μm)	Desvio Padrão
600 °C 2h	0,12	0,013
600 °C 5h	0,68	0,15
600 °C 10h	1,09	0,34

3.4. Ensaios de Fadiga

A Figura 6 mostra os diagramas S-N simplificados, juntamente com as curvas médias. Para desenvolvimento destes foram utilizadas recomendações contidas nas normas ISO 12701 e ASTM E 739. Os pontos preenchidos representam amostras que se romperam, já os pontos não preenchidos são referentes aos corpos de prova que não se romperam até um número máximo de 5×10^6 ciclos. De modo geral, verifica-se que as amostras oxidadas apresentaram redução significativa no limite de fadiga se comparado com as não submetidas ao tratamento.

Os resultados para o limite de fadiga bem como os respectivos desvios padrão foram agrupados na Figura 7. Constata-se redução na ordem de 35 % para amostras oxidadas durante 2 h, 27 % para amostras oxidadas por 5 h e 29 % para

as amostras tratadas durante 10 h, em relação ao ensaio com corpos de prova não tratados. A análise estatística ANOVA seguida pelo teste de Neuman-Keus demonstrou que não existe variação significativa para $p < 0,05$ entre as amostras oxidadas. O efeito prejudicial nas propriedades em fadiga causado pelos tratamentos foi de intensidade semelhante. O aumento no tempo de tratamento de 2 para 10 h provocou apenas aumento na espessura e na rugosidade, mas não influenciou de maneira significativa no comportamento à fadiga da liga.

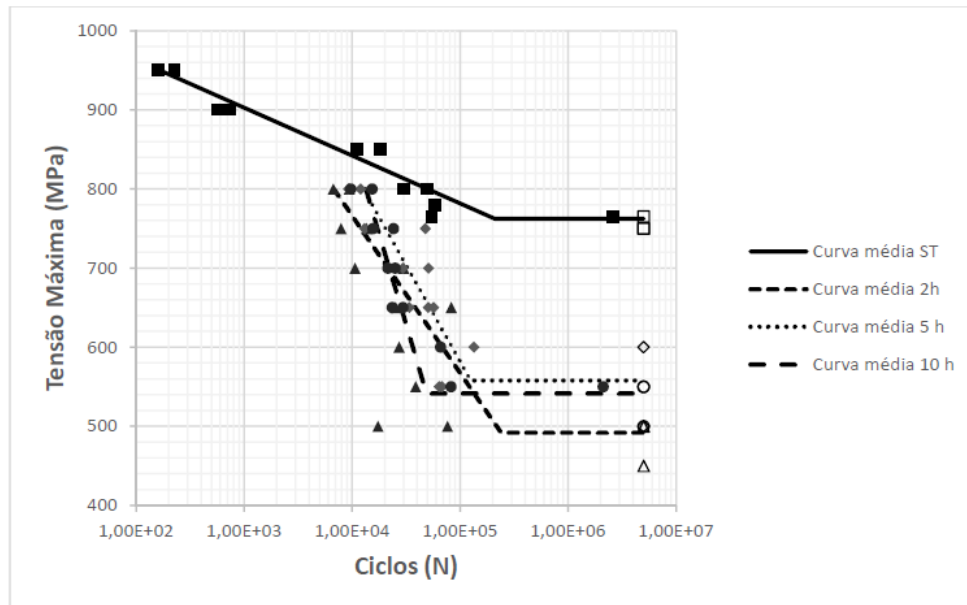


Figura 6. Diagrama S-N comparativo para amostras sem tratamento e oxidadas por 2, 5 e 10 h.

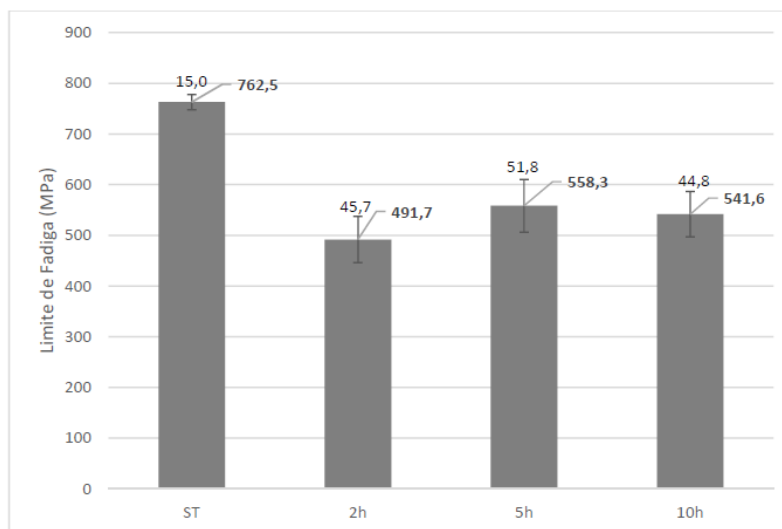


Figura 7. Limite de fadiga para amostra sem tratamento (ST), oxidada por 2, 5 e 10 h.

3.5. Fractografia das Amostras

A Figura 8 mostra a morfologia das fraturas para as amostras, sem e com tratamento térmico, submetidas às tensões máximas cíclicas de 800 MPa na fadiga. Em ambas as imagens, são possíveis distinguir três zonas presentes nas superfícies fraturadas:

zona de nucleação da trinca (indicada pelas setas), zona de propagação (região delimitada pelas linhas tracejadas) e região de fratura final.

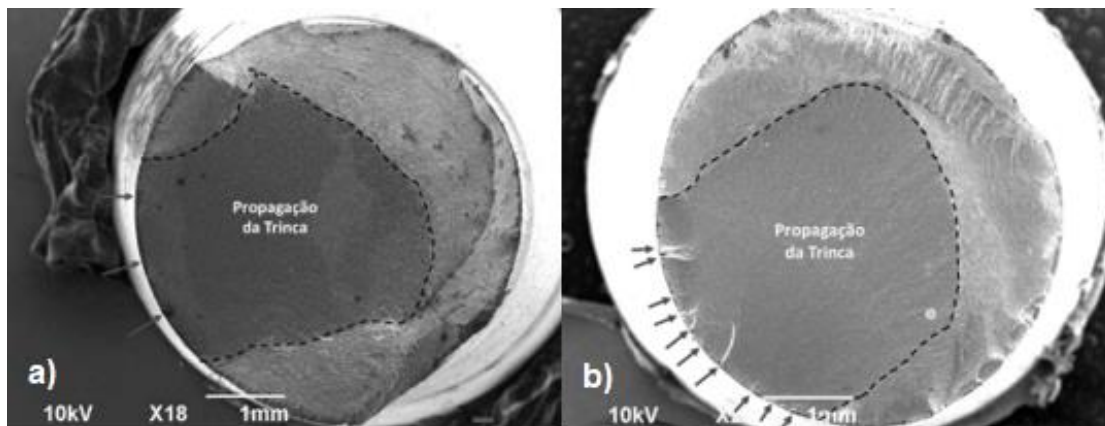


Figura 8. a) Morfologia da fratura para amostras sem tratamento e submetidas à tensão máxima de 800 MPa. **b)** Morfologia da fratura para amostras oxidadas a 600 °C por 10 h e submetidas à tensão máxima de 800 MPa.

De modo geral, a amostra oxidada por 10 h (Figura 8.b) apresenta mais marcas de catraca que indicam lugares de nucleação de trincas em relação à amostra não tratada (Figura 8.a). É possível observar também que não houve diferença substancial entre a área de propagação da trinca referente à amostra não tratada e oxidada. Isto fornece indícios de que o tratamento não afeta o estágio de crescimento da trinca, mas sim a nucleação.

A Figura 9 traz um registro com diferenças morfológicas no decorrer da progressão da superfície de fratura da amostra em uma das zonas de nucleação da amostra oxidada por 10 h.

É evidente o surgimento de trincas prematuras na camada mais frágil nos primeiros ciclos de fadiga. Mas estas trincas não se limitam à profundidade da camada e evoluem através da zona de difusão do oxigênio (camada alfa). Por isso, observa-se uma superfície plana e contínua de clivagem, de aspecto frágil, abaixo da camada de óxido. Esta morfologia está associada à formação da camada α rica em oxigênio abaixo da camada de óxido (Figura 2.b).

Após esta zona de clivagem, ocorre uma faixa contendo micromecanismos predominantes de facetas intergranulares e alguma clivagem. Esse aspecto intergranular em fina camada posterior à zona de difusão pode ser atribuído ao oxigênio que difundiu para os contornos dos grãos alfa e beta, favorecendo a fratura intergranular.

Logo depois da camada intergranular, inicia uma zona mais dúctil de propagação de fadiga. Acredita-se que neste estágio esgota-se o efeito da difusão do oxigênio e por isso a propagação da fadiga passa a comportar-se como comumente ocorre em ligas de Ti-6Al-4V, inclusive com formação de eventuais estrias de fadiga.

As variações de micromorfologias de fratura estão relacionadas com a profundidade de difusão do oxigênio. Esta constatação tem respaldo no conhecimento de que o oxigênio é um elemento fragilizante de ligas de titânio que influencia na resistência a fratura [4].

A redução de desempenho em fadiga das amostras oxidadas em relação a amostra de referência, bem como o fato de não haver diferença significativa no desempenho em fadiga em função da espessura da camada pode ser explicado pela fácil iniciação da trinca na superfície das oxidadas, que ocorre já nos primeiros ciclos de

fadiga. Isto pode ser atribuído à diferença entre o módulo de elasticidade na superfície (TiO_2 – $E=230$ MPa) e o interior da liga (Ti-6Al-4V – $E=110$ a 120 GPa) e à diferença entre o nível de deformação que suporta antes da ruptura a frágil camada de TiO_2 e o substrato metálico, mais dúctil, para a mesma tensão. Em tal sistema, trincas prematuras podem aparecer na superfície a uma tensão mais baixa e dessa forma, com a aplicação de carregamento cíclico, a trinca irá propagar até ocorrer fratura do corpo de prova [4].

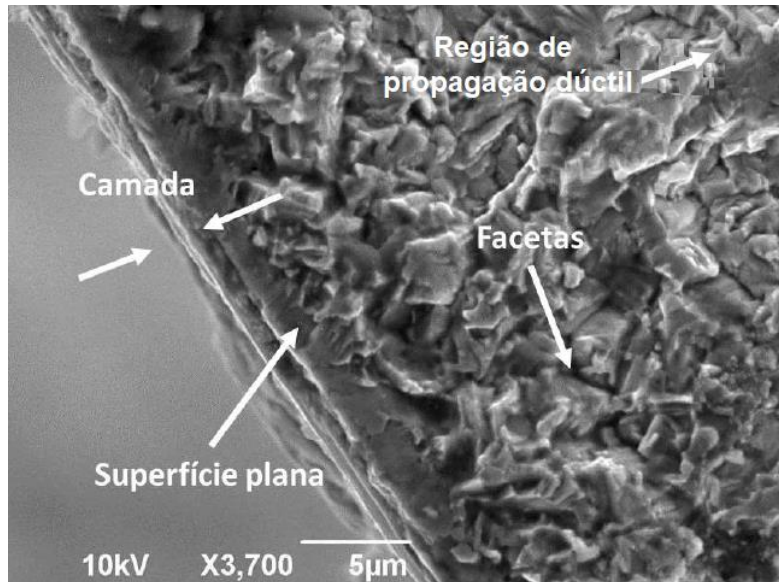


Figura 9. Zona de nucleação da trinca para a amostra oxidada por 10 h com camada de óxido formada, superfície plana de clivagem, facetas intergranulares e clivagem e, finalmente, região de propagação mais dúctil de fadiga.

3 CONCLUSÃO

Neste estudo, o comportamento à fadiga da liga Ti-6Al-4V oxidada termicamente foi verificado. As principais constatações atingidas foram as seguintes:

- A oxidação térmica provocou a formação de camadas de óxidos ricos da fase rutilo (Ti_2O_3). Verificou-se um aumento na espessura média da camada formada de $0,12$ μm para $1,09$ μm ao elevar a duração do tratamento de 2 para 10 h.
- A rugosidade da camada aumenta com o tempo, ou espessura, da camada de óxidos.
- O desempenho a fadiga diminui em função da oxidação térmica. Confirma-se, então, o efeito danoso em fadiga causado pela camada de óxido formada. Os resultados apontaram redução de resistência a fadiga de 35 % para amostras oxidadas durante 2 h, 27 % para amostras oxidadas por 5 h e 29 % para as amostras tratadas durante 10 h, em relação ao ensaio com corpos de prova não submetidos ao tratamento. O efeito prejudicial nas propriedades em fadiga causado pelos tratamentos foi de intensidade semelhante, independentemente do tempo de oxidação. O aumento no tempo de tratamento de 2 para 10 h provocou apenas aumento na espessura e na rugosidade, mas não influenciou de maneira gradativa no comportamento à fadiga. Pode-se atribuir a redução do desempenho em fadiga ao trincamento prévio das camadas, que ocorre nos primeiros ciclos de fadiga.

Agradecimentos

Ao CNPq, CAPES e FAPITES pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 Dong, H.; Bell, T. Enhanced wear resistance of titanium surfaces by a new thermal oxidation treatment. *Wear*. 2000; v. 238 (2): pp. 131–137.
- 2 Liu, X.; Chu, P. K.; Ding, C. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. *Materials Science and Engineering R*. 2004; Reports, v. 47(3–4): pp. 49–121.
- 3 Ebrahimi A. r.; Zarei f.; Khosroshashi r. a. Effect of thermal oxidation process on fatigue behavior of ti-4al-2v alloy. *Surface & Coatings Technology*; v. 2008 (203), p 199-203.
- 4 ZIMMER, C. G. Influência da oxidação térmica sobre as propriedades de fadiga da liga Ti-6Al-4V. Dissertação M.Sc.Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2011
- 5 Espínola, E. S. Influência da oxidação térmica sobre as propriedades de superfície do Titânio e da liga Ti6Al4V para aplicações Biomédicas e Odontológicas- Dissertação de Mestrado, DEM/PGCEM – UDESC, Joinville, 2008.
- 6 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, ASTM F136-13. Standard Specification for Wrought Titanium-6Aluminum-4Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy for Surgical Implant Applications (UNS R56401). West Conshohocken, PA, 2013.
- 7 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E3-01, Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens. West Conshohocken, PA , 2001.
- 8 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E499. Standard Practice for Leaks Using the Mass Spectrometer Leak Detector in the Detector Probe Mode. West Conshohocken, PA, 2013.
- 9 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E739., Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life (*S-N*) and Strain-Life (ϵ -*N*) Fatigue Data. Filadélfia, 2015.
- 10 ASM Handbook Metals vol 9. Metallography and Microstructures, ASM International 10th Edition Metals Handbook, 1991.
- 11 NBR ISO 5832-3, Implants for surgery Metallic Materials – Part 3: Wrought titanium 6 – aluminium 4-vandadium alloy, 1996.
- 12 Guleryuz H, Cimenoglu H. Efect of thermal ozidation on corrosion and corrosion-wear behaviour of a Ti-6Al-4V. *Biomaterials*. 2004; v. 25: pp 3325-3333.
- 13 KUMAR, S. *et al.* Thermal oxidation of Ti6Al4V alloy: Microstructural and electrochemical characterization. *Materials Chemistry and Physics*. 2010; v. 119 (1–2), pp. 337–346.
- 14 WANG, S. *et al.* Influence of thermal oxidation temperature on the microstructural and tribological behavior of Ti6Al4V alloy. *Surface and Coatings Technology*. 2014; v. 240, pp. 470–477.
- 15 WANG, S. *et al.* Influence of thermal oxidation duration on the microstructure and fretting wear behavior of Ti6Al4V alloy. *Materials Chemistry and Physics*. 2015 v. 159, pp. 139–151.