

# ANÁLISE DAS SUPERFÍCIES DE FRATURAS DA LIGA Ti6Al4V APÓS ENSAIO DE FADIGA EM CORPOS DE PROVA COM E SEM OXIDAÇÃO TÉRMICA<sup>1</sup>

*Silvando Vieira dos Santos<sup>2</sup>*

*Abraão Santos Silva<sup>3</sup>*

*Bruno Souza Fernandes<sup>3</sup>*

*Raphael Calazans Cardoso<sup>4</sup>*

*Sandro Griza<sup>5</sup>*

## Resumo

A fadiga e seus mecanismos são responsáveis pela maior parte das falhas mecânicas de componentes metálicos implantados. Além da excelente resistência à fadiga, para fabricação de uma prótese de quadril também é exigida a utilização de materiais com boas propriedades tribológicas. As baixas propriedades tribológicas são problemas quando Ti e suas ligas são utilizados em cirurgias ortopédicas. Para atenuar esse problema a técnica de oxidação térmica (OT) tem ganhado destaque. No entanto, a presença de uma camada de óxido na superfície da liga Ti6Al4V promove uma redução no limite de resistência à fadiga e esse fenômeno precisa ser investigado. Neste trabalho corpos de prova (cps) da liga Ti6Al4V divididos em dois grupos (com OT e sem OT) e após o ensaio de fadiga foram avaliados por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foi possível observar a formação de trincas de fadiga a partir da camada de TiO<sub>2</sub> devido a presença de trincas secundárias abaixo da trinca principal. Além disso, sugere-se que a redução nas propriedades de fadiga da liga está associada à fragilidade da camada de óxido.

**Palavras-chave:** Oxidação térmica; Ti6Al4V; Fratura por fadiga.

## ANALYSIS OF THE FRACTURE SURFACES OF Ti6Al4V ALLOY AFTER FATIGUE TESTING OF SPECIMENS WITH AND WITHOUT THERMAL OXIDATION

### Abstract

Fatigue and its mechanisms are responsible for most of the mechanical failure of the implanted metal components. Besides the excellent fatigue resistance, for the manufacture of a hip prosthesis is required to use materials with good tribological properties. The low tribological properties are problems when Ti and its alloys are used in orthopedic surgeries. To mitigate this problem the technique of thermal oxidation (TO) has gained prominence. However, the presence of an oxide layer on the surface of the Ti6Al4V alloy promotes a reduction in the fatigue endurance limit and this phenomenon needs to be investigated. In this work specimens of Ti6Al4V alloy divided into two groups (with TO and without TO) and after the fatigue test were evaluated by scanning electron microscopy (SEM). It was possible to observe formation of fatigue cracks from the TiO<sub>2</sub> layer due to presence of secondary cracks below the main crack. Furthermore, it is suggested that the reduction in fatigue properties of alloy is associated with the brittleness of oxide layer.

**Key words:** Thermal oxidation; Ti-6Al-4V; Fatigue fracture.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 68º 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 Materiais, Universidade Federal de Sergipe, SE, Brasil.*

<sup>4</sup> *Graduando, Engenharia de Mecânica, 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

Sabe-se que as falhas por fadiga em materiais metálicos representam cerca de 90% das falhas em serviço, acontecem abaixo da tensão de escoamento e geralmente ocorrem de forma inesperada e catastrófica.<sup>(1,2)</sup>

Fadiga, por definição, pode ser entendida como a fratura progressiva e total que ocorre em um componente devido à aplicação de solicitações cíclicas. As solicitações cíclicas são definidas como 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 na direção perpendicular à direção da tensão aplicada e provoca aumento contínuo das tensões locais até atingir um tamanho crítico e conseqüentemente um valor crítico de tensão, suficiente para que ocorra a ruptura final de maneira catastrófica.<sup>(3)</sup>

Em uma revisão da literatura feita por Antunes e Oliveira,<sup>(3)</sup> alguns estudos apontam que a iniciação de trincas de fadiga ocorre em regiões de concentração de tensão e a partir de defeitos de fabricação do componente metálico tais como marcas de usinagem, defeitos de soldagem, entalhes, etc. Caso haja ausência desses fatores, trincas de fadiga podem ser iniciadas a partir de defeitos microestruturais, como contornos de grão e inclusões não-metálicas.<sup>(3)</sup>

O fenômeno de fadiga pode ser reproduzido por meio de um ensaio baseando-se na norma ASTM 466-07.<sup>(4)</sup> Sendo que num ensaio de fadiga o método básico de apresentação dos resultados é através da curva S-N. É lançado num gráfico o valor da tensão nominal S contra o número de ciclos N necessários para a fratura. 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>(2)</sup>

Para escolha de um biomaterial metálico a ser utilizado como um dispositivo ortopédico é necessário uma análise criteriosa das propriedades desse material. Além de possuir baixo módulo de elasticidade e biocompatibilidade, resistência à fadiga é uma das mais importantes características a ser considerada.<sup>(3)</sup>

Associado à fadiga pode existir outros fenômenos que ocorrem ao mesmo tempo. Para um componente sujeito a esforços cíclicos em um meio capaz de atacar química ou eletroquimicamente o material exposto, verificam-se condições para a implantação da corrosão sob fadiga. Os metais que estão sujeitos a esse tipo de ataque são aqueles que têm uma camada protetora, por exemplo, um óxido que produza resistência a um meio que tenderia a atacar o metal.<sup>(5)</sup> Um biomaterial depois de implantado torna-se sujeito a ação de carregamento cíclico e à ação agressiva do meio corpóreo. Essa combinação pode resultar no fenômeno de corrosão-fadiga.

A necessidade cada vez maior de substituir parte de um tecido do corpo humano está diretamente relacionada ao aumento da expectativa de vida da população. É observado que em idade avançada o processo de reconstituição do tecido ósseo é dificultado. A ocorrência de doenças crônico-degenerativas como a osteoporose e artrites reumáticas são mais frequentes e fragilizam os ossos tornando-os mais

propícios à ocorrência de fraturas que na maioria dos casos estão associadas à acidentes domésticos.

Neste cenário, a busca pela melhoria da qualidade de vida de pessoas que tenham sofrido perda de tecido ósseo, ocasionada por acidentes ou doenças crônico-degenerativas, tem sido fator importante e decisivo para realização de pesquisa e desenvolvimento de materiais capazes de substituir parte do tecido ósseo no corpo humano.

A utilização de Ti e suas ligas para aplicação em implantes é resultado da capacidade que estes materiais possuem em resistir de maneira satisfatória às diversas solicitações de carregamento impostas e a ação agressiva do meio corpóreo. No entanto, as baixas propriedades tribológicas do Ti e suas ligas têm limitado o uso à liga Ti6Al4V por esta apresentar maior resistência mecânica.<sup>(6)</sup>

Para minimizar os efeitos nocivos resultantes das baixas propriedades tribológicas, tratamentos superficiais são empregados ao Ti e suas ligas a fim de aumentar a dureza superficial e conseqüentemente melhorar a resistência ao desgaste. Existem diferentes técnicas de modificação superficial e estas podem ser classificadas como métodos físicos (jateamento ou *shot peening*) ou métodos químicos (nitretação).<sup>(7)</sup> Como técnica alternativa existe ainda o tratamento superficial de oxidação térmica que foi desenvolvido mais recentemente e despertou interesse por ser um método simples, de baixo custo e que apresenta um bom resultado quando é necessário aumento de dureza superficial.<sup>(7,8)</sup>

O processo de aplicação da técnica de oxidação térmica consiste em aquecer o Ti / ligas de Ti a uma temperatura elevada em atmosfera ambiente dando tempo suficiente para que ocorra difusão de oxigênio a partir da superfície da liga<sup>(6,8,9)</sup> e como resultado ocorre o crescimento de uma camada de óxido cujas características dependem da temperatura e tempo de exposição.<sup>(8)</sup>

O titânio e suas ligas são capazes de absorver oxigênio até 40% em massa atômica à elevada temperatura. Quando o teor de oxigênio ultrapassa 40%, ocorre a conversão da estrutura de hexagonal compacta, fase alfa, para cúbica de corpo centrado pertencente à fase TiO, e as características metálicas são perdidas. Ou seja, a conversão em cerâmica da superfície metálica ocorre pela difusão de oxigênio por meio de solução sólida e visa obter um revestimento cerâmico baseado principalmente em TiO<sub>2</sub> cuja estrutura pode se apresentar na forma de anatásio ou rutilo.<sup>(7,10)</sup>

Inicialmente para algumas aplicações a presença de oxidação térmica em Ti e suas ligas era indesejada. No entanto, a literatura tem relatado que a presença desse fenômeno pode ser benéfica em alguns casos. Estudos mostram que o crescimento e formação de uma camada de TiO<sub>2</sub> na superfície de implantes melhora a interação implante/tecido ósseo,<sup>(10-12)</sup> pois o titânio oxidado termicamente propicia condições adequadas para uma maior atividade das células<sup>(13)</sup> e ainda conduz a um aumento na dureza da superfície e conseqüente melhoria das propriedades tribológicas.<sup>(14-16)</sup>

Um fator importante a ser considerado é que a resistência à fadiga é significativamente influenciada por fatores de superfície.<sup>(3)</sup> O efeito do tratamento ou modificação superficial é um caso específico para cada tipo de tratamento, isto é, o efeito depende de fatores tais como a mudança da composição ou se são introduzidas tensões residuais benéficas ou não.<sup>(7)</sup>

Trabalhos publicados na literatura<sup>(9,10,17)</sup> confirmam o aumento de dureza superficial e conseqüente melhoria das propriedades tribológicas para o titânio comercialmente puro e para a liga Ti6Al4V. No entanto, apesar da comprovada eficiência da camada de óxido no aumento da resistência ao desgaste e corrosão-desgaste,<sup>(9,10,17)</sup>

também foi mostrado uma redução no limite de resistência à fadiga da liga Ti6Al4V quando comparado ao material sem presença de oxidação térmica.<sup>(7,17,18)</sup>

Em um trabalho desenvolvido paralelamente a este também foi possível observar uma redução da resistência à fadiga para os corpos de prova oxidados termicamente a temperatura de 600°C por um período de 5 h. Assim, esse trabalho tem como proposta principal investigar os mecanismos de fratura e determinar qual a influência da formação de uma camada de óxido, na superfície da liga Ti6Al4V, no comportamento em fadiga e em corrosão-fadiga, bem como comparar os mecanismos de fratura para três diferentes condições de ensaio.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

O material de partida utilizado para o desenvolvimento deste trabalho é a liga Ti6Al4V grau 1 que foi doada pela empresa MDT - Indústria e Comércio de Importação e Exportação de Implantes Ortopédicos LTDA (Rio Claro-SP). A partir da liga Ti6Al4V foram realizados estudos e testes para determinação de uma rota de oxidação térmica que seria posteriormente aplicada em corpos de prova antes do ensaio de fadiga. Após a ocorrência da fratura por fadiga, os corpos de prova tornaram-se o objeto de análise desse trabalho. A seguir será feita uma descrição das etapas realizadas, desde antes da análise das superfícies de fratura dos corpos de prova.

Para realizar o estudo de comparação entre as superfícies de fratura de corpos de prova sem e com a presença de uma camada de TiO<sub>2</sub> após a fratura por fadiga foi necessário determinar qual rota de oxidação térmica seria aplicada aos corpos de prova usinados a partir 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>(8)</sup> No trabalho desenvolvido por Espíndola<sup>(9)</sup> foi verificado 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>(9,17)</sup>

Por fim, a temperatura de oxidação térmica foi determinada com base nos resultados obtidos por Espíndola<sup>(9)</sup> e no trabalho desenvolvido por Zimmer,<sup>(7)</sup> nos quais foi mostrado que amostras da liga Ti6Al4V oxidadas termicamente à temperatura de 600°C em atmosfera ambiente apresentou maior resistência a corrosão-desgaste e menor limite de fadiga, respectivamente, quando comparada as amostras oxidadas termicamente à temperatura mais elevada. Também, 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.

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 1.200), polidos (pasta de diamante de 6 µm e 3 µm) e posteriormente expostos ao processo de oxidação térmica por diferentes tempos (5 h, 10 h e 20 h). Em seguida, os discos foram cortados ao meio e embutidos em resina acrílica, de maneira que se pode visualizar a camada de oxidação na direção perpendicular

após preparação metalográfica conforme ASTM E 3<sup>(19)</sup> e ataque químico utilizando o reagente Kroll. Dessa forma, foi possível estimar a espessura da camada de óxido (TiO<sub>2</sub>) formada e determinar qual tempo será utilizado no processo de oxidação térmica partindo do princípio que se deseja obter uma camada de TiO<sub>2</sub> com espessura na faixa entre 1 - 2 µm. Espessuras maiores podem se desprender com facilidade do substrato.<sup>(7,14)</sup>

Após realização desses testes a rota de oxidação térmica ficou definida em um aquecimento à temperatura de 600°C por um tempo equivalente a 5 h em atmosfera ambiente e posterior resfriamento ao forno para evitar choque térmico e o possível surgimento de pequenas trincas na camada de óxido. Esse tratamento de oxidação térmica foi empregado em um conjunto de corpos de prova que foram encaminhados ao ensaio de fadiga junto a corpos de prova na condição como recebido, sem a presença da camada de TiO<sub>2</sub>.

Os ensaios de fadiga que deram origem aos corpos de prova fraturados, objeto de análise desse trabalho, foram realizados em três diferentes condições. A primeira condição de ensaio foi realizada para corpos de prova na forma como recebido ensaiado ao ar FR-Ar (fadiga material como recebido ensaiado ao ar). A segunda condição foi realizada para corpos de prova após oxidação térmica ensaiado ao ar FOT-Ar (fadiga material oxidado termicamente ensaiado ao ar). E, a terceira condição foi realizada para corpos de prova após oxidação térmica e ensaiado em ambiente contendo 0,9% de NaCl FOT-NaCl (fadiga material oxidado termicamente ensaiado em ambiente contendo 0,9% de NaCl).

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada para observar com maior detalhe a camada de óxido e as superfícies de fratura dos corpos de prova após ensaio de fadiga e de corrosão-fadiga (para este estudo, ensaio de fadiga em ambiente contendo 0,9% de NaCl).

O microscópio eletrônico de varredura é um dos instrumentos mais versáteis para investigar superfícies de fratura de componentes. Além da sua alta resolução, a principal vantagem do MEV é a grande profundidade de foco, que permite obter imagens topográficas tridimensionais da amostra com boa qualidade.

Com o auxílio do MEV pretende-se identificar características da camada de óxido, os principais mecanismos responsáveis pela fratura dos corpos de prova e também verificar a diferença entre os mecanismos de fratura de os corpos de prova ensaiados ao ar e em meio agressivo, além de verificar os mecanismos que podem ser provenientes da camada de óxido.

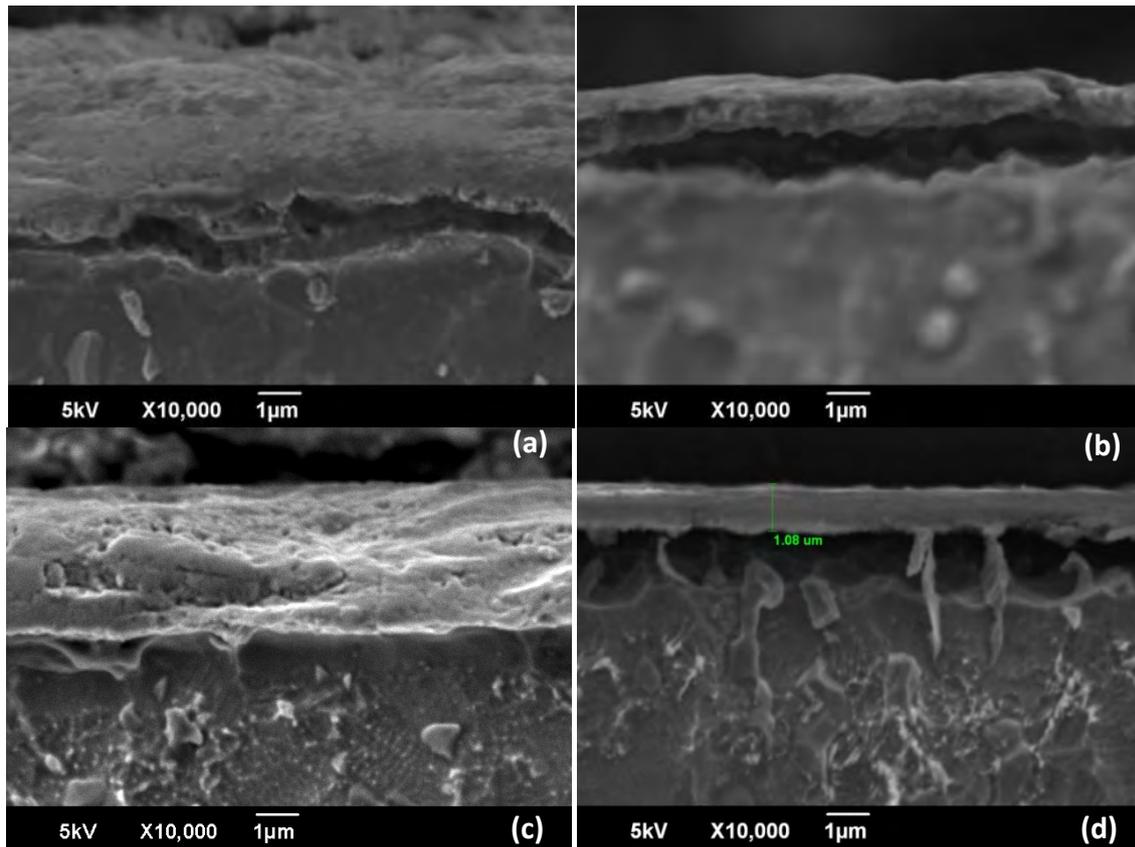
As análises por MEV desse trabalho foram realizadas em um equipamento JEOL JCM-5700 CARRY SCOPE.

### 3 RESULTADOS

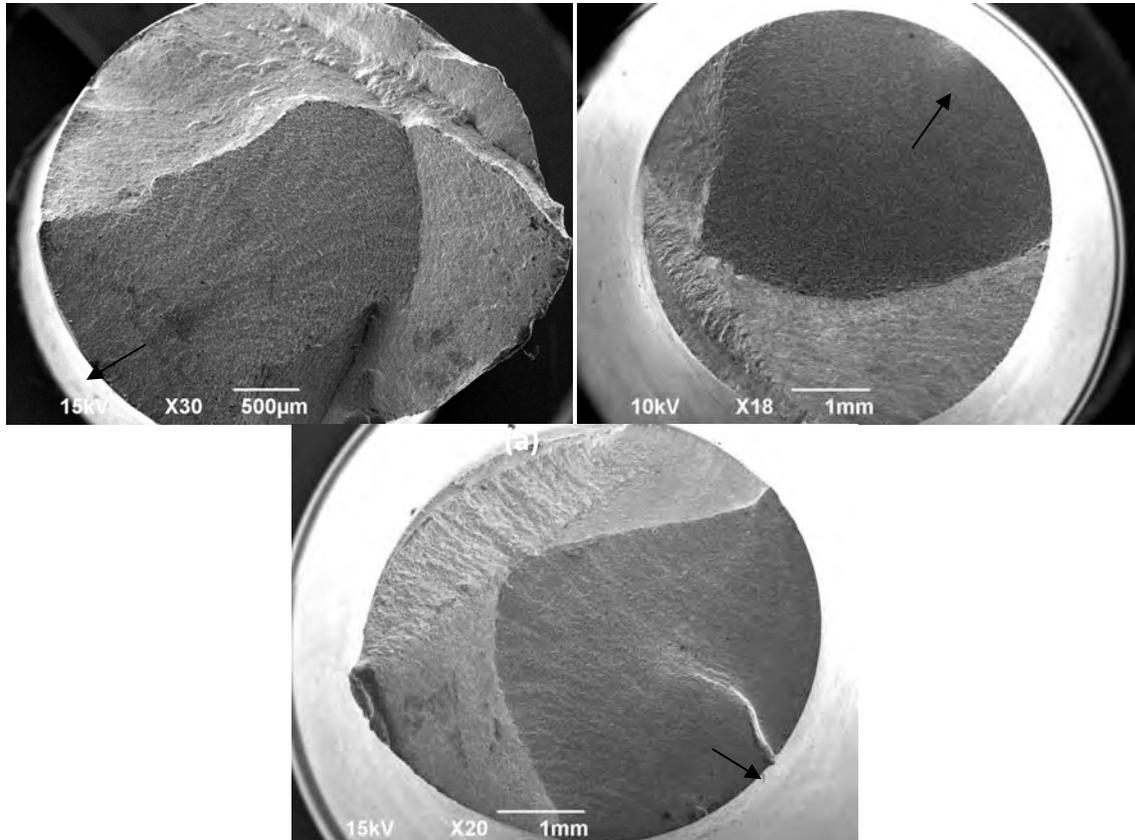
Como resultado do processo de oxidação térmica pode ser visualizado na Figura 1, a camada de óxido obtida à temperatura de 600°C para os tempos de 20 h, 10 h e 5 h resfriadas ao ar (a), (b) e (c), respectivamente, e por 5 h resfriada ao forno (d).

A Figura 2 apresenta a fractografia dos corpos de prova ensaiados para cada condição, FR-Ar (a), FOT-Ar (b) e FOT-NaCl (c).

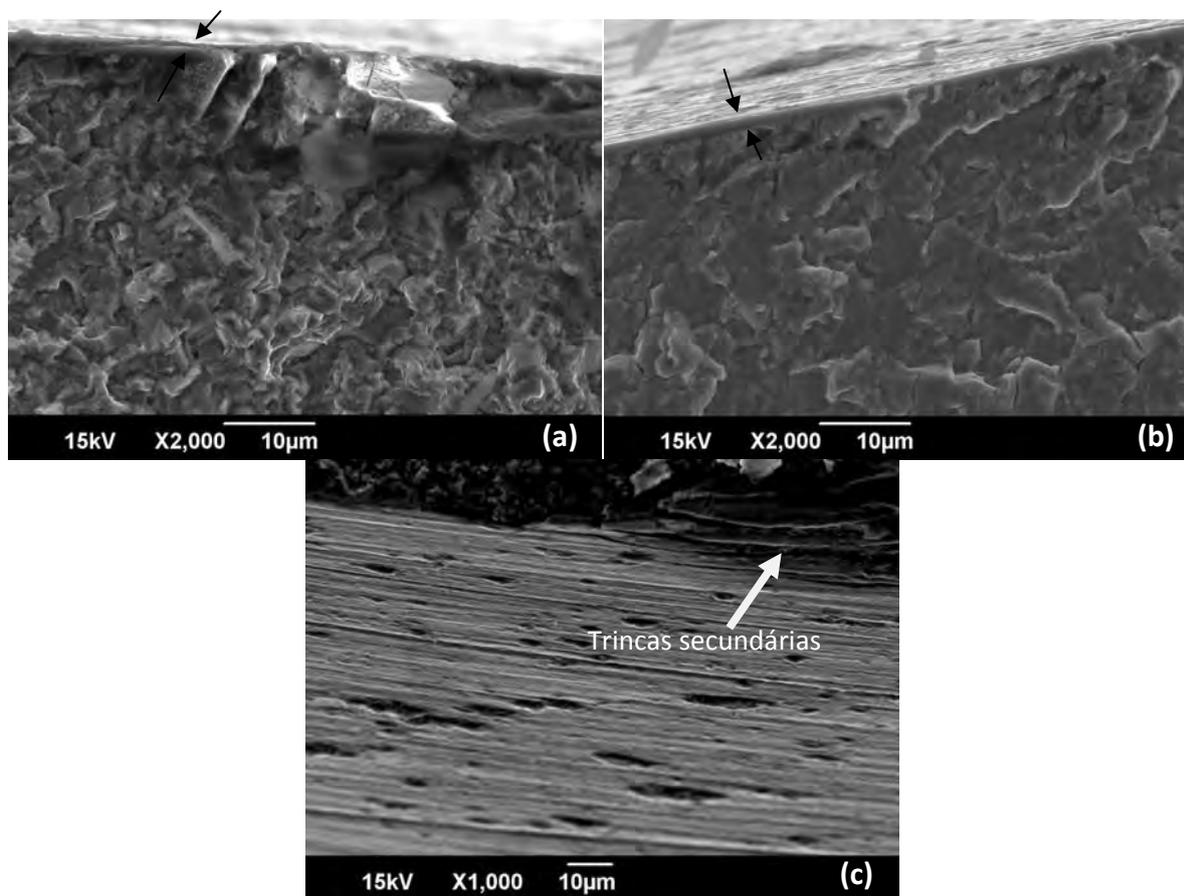
Na Figura 3 é possível observar a presença da camada de óxido em (a) e (b) para as amostras FOT-Ar e FOT-NaCl. Em (c) é notada a presença de trincas secundárias adjacente ao ponto de início da fratura na superfície do corpo de prova. Ainda, para as amostras oxidadas termicamente, é possível observar na Figura 4 a região de início de propagação da trinca de fadiga.



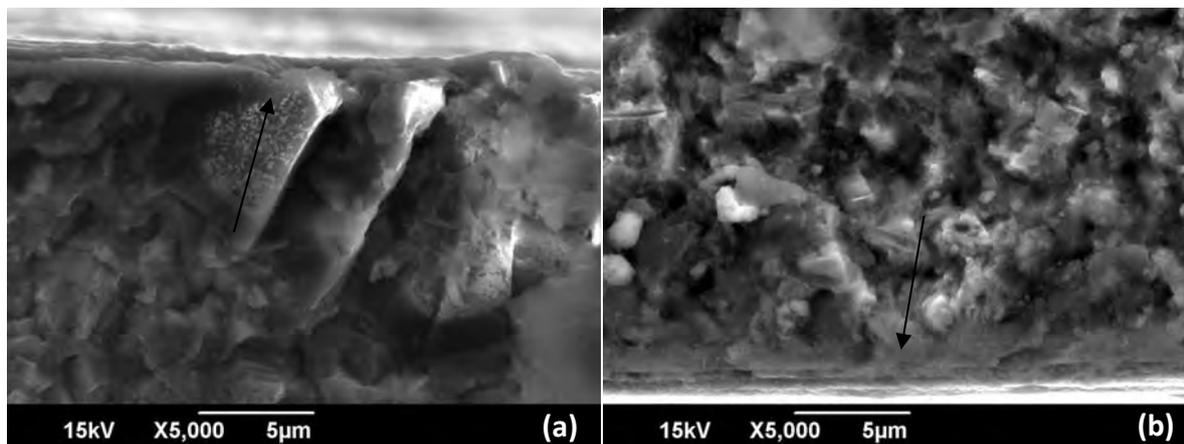
**Figura 1.** Camadas de óxido obtidas à temperatura de 600 °C por 20 h, 10 h e 5 h, (a), (b) e (c), respectivamente, e resfriadas ao ar. Por 5 h e resfriada ao forno em (d).



**Figura 2.** Fractografia dos corpos de prova ensaiados para cada condição, FR-Ar (a), FOT-Ar (b) e FOT-NaCl (c).

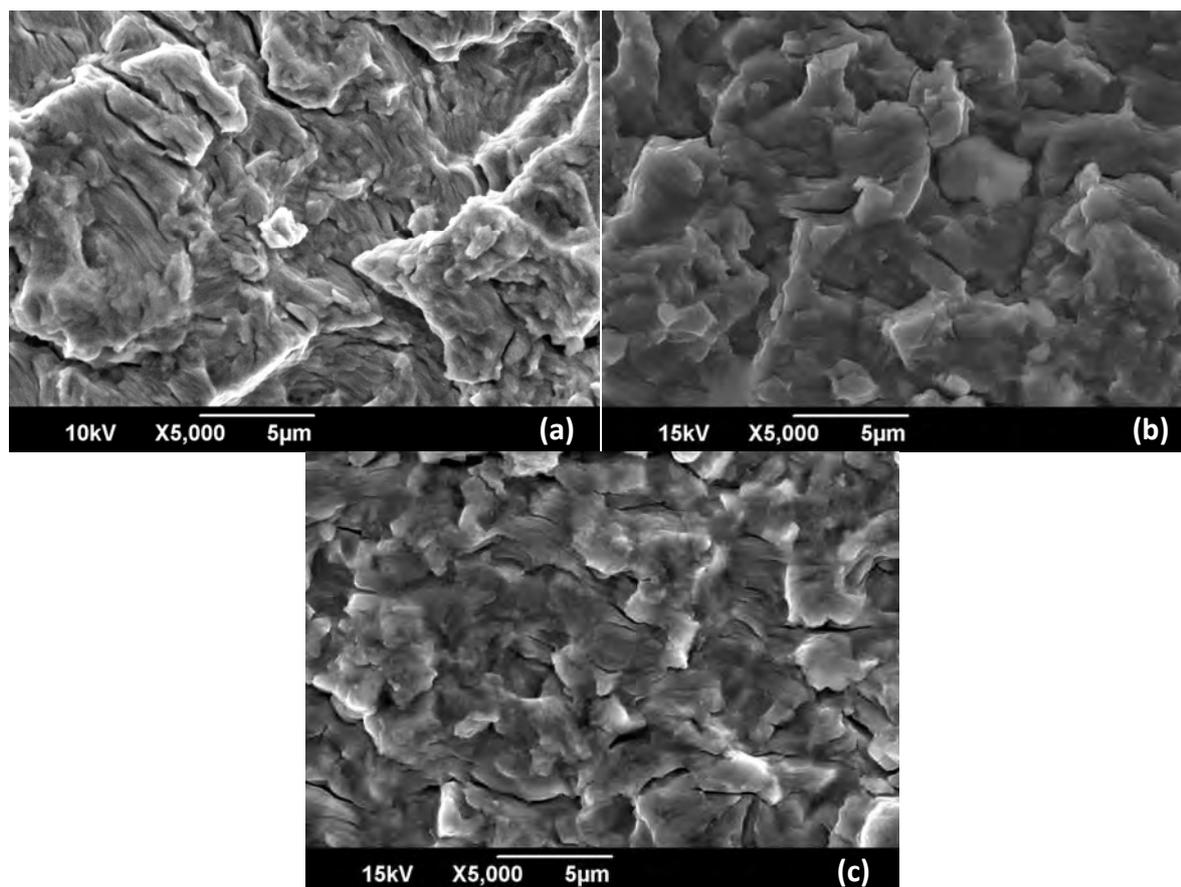


**Figura 3.** Camada de óxido em (a) FOT-Ar e em (b) FOT-NaCl. Em (c) é notada a presença de trincas secundárias de fadiga a partir da superfície.



**Figura 4.** Região de início da trinca de fadiga a partir da camada de óxido em (a) FOT-Ar e em (b) FOT-NaCl.

Para efeito de avaliação da propagação da trinca, na Figura 5 podem ser observadas estrias de fadiga a uma distância de aproximadamente 300 µm a partir da superfície e na direção de propagação da trinca para as três condições de ensaio.



**Figura 5.** Estrias de fadiga para as três diferentes condições de ensaio: em (a) FR-Ar, em (b) FOT-Ar e em (c) FOT-NaCl.

#### 4 DISCUSSÃO

A partir da Figura 1 pode-se observar que o emprego de diferentes tempos nas rotas de oxidação térmica gerou camadas de  $\text{TiO}_2$  com espessuras variadas. No entanto, em (a), (b) e (c), não dá para ter noção do tamanho real da espessura da camada de óxido porque no momento de obtenção das imagens no MEV a amostra encontrava-se inclinada em relação ao plano da imagem. Em (d) observa-se que a camada de óxido possui espessura um pouco maior que  $1 \mu\text{m}$ . Aparentemente, para todas as amostras, a camada de óxido está se desprendendo do substrato. No caso em que as amostras foram resfriadas ao ar este fato é aceitável. Uma queda brusca de temperatura pode provocar o surgimento de trincas e desprendimento da camada de óxido.<sup>(7,14)</sup> Entretanto, é sugerido que quando a amostra é submetida ao ataque químico ocorre um ataque preferencial na região adjacente à camada de óxido. Os fenômenos que governam a fratura por fadiga dos corpos de prova também foram investigados por meio de MEV. Na Figura 2 pode ser observada a frente de propagação das trincas a partir da superfície para as três diferentes condições de ensaio. Neste nível de aumento não é possível notar uma diferença significativa entre os mecanismos de fratura. As setas em (a), (b) e (c) indicam a região provável de iniciação das trincas. Após iniciação, ocorre o crescimento das trincas dando seguimento a uma região plana de propagação estável até a ruptura por sobrecarga que ocorre de forma catastrófica e é caracterizada pela região da fratura com ângulo de aproximadamente  $45^\circ$  em relação ao plano de propagação da trinca ou à direção da tensão aplicada em um ensaio de fadiga uniaxial.

Na Figura 3 é observado o aspecto de fratura para os corpos de provas oxidados termicamente. Tanto em (a) quanto em (b) é possível observar a presença da camada de  $TiO_2$  na superfície dos corpos de prova. Em (c) observa-se a presença de trincas de fadiga secundárias na camada de  $TiO_2$  que foram iniciadas logo abaixo da trinca principal que resultou na fratura do corpo de prova. Este fato evidencia uma facilidade na formação de trincas de fadiga a partir da camada de  $TiO_2$ . A literatura relata que a fácil iniciação de trincas de fadiga na camada de óxido pode ser atribuída à diferença entre a quantidade de deformação na camada de  $TiO_2$  frágil e o substrato metálico mais dúctil para uma mesma tensão e à diferença entre o módulo de elasticidade na superfície ( $TiO_2$  – 230 MPa) e o interior da liga (Ti6Al4V - 110 a 120 GPa). Em tal sistema trincas prematuras podem aparecer na superfície a uma tensão mais baixa.<sup>(14)</sup>

A fragilidade da camada pode ser evidenciada pelo aspecto de fratura frágil que ocorre na região de início da trinca, Figura 4. As setas na figura apontam o lado onde ocorreu o início da trinca e pode ser observado ao longo da superfície o aspecto de fratura frágil que é caracterizada por ser uma região lisa isenta de deformação plástica. Logo abaixo da superfície é notada uma região rugosa que apresenta pouca deformação plástica, característica de uma zona de transição entre a camada de óxido e o substrato metálico.

Estrias de fadiga para as três condições de ensaio foram apresentadas na Figura 5. O espaçamento entre as estrias de fadiga é um parâmetro que determina a velocidade de avanço da trinca. Quanto maior o espaçamento entre estrias, mais rápida ocorrerá a fratura do componente. Na Figura 5 pode ser observado que o processo de fadiga ocorreu de forma mais rápida em (a) FR-Ar e (c) FOT-NaCl, pois estes dois corpos de prova apresentam maior espaçamento entre as estrias em comparação ao corpo de prova da imagem (b) FOT-Ar. Este fato é verídico, pois os corpos de prova em (a) e (c) romperam para um número de ciclos de 22447 e 10916, respectivamente. Já o corpo de prova em (c) resistiu a 143641 ciclos. No entanto as comparações devem se limitar a esta que foi apresentada, pois as tensões de ensaio dos três corpos de prova representados pela Figura 5 (a), (b) e (c) são diferentes.

## 5 CONCLUSÕES

O processo de oxidação térmica à temperatura de 600°C por 5 h resultou na formação de uma camada de óxido com espessura de aproximadamente 1  $\mu m$ .

A redução nas propriedades de fadiga da liga está associada à fragilidade da camada de óxido, a diferença de quantidade de deformação entre o substrato e a camada de óxido para uma mesma tensão aplicada e à diferença entre o módulo de elasticidade do  $TiO_2$  e a liga Ti6Al4V.

O espaçamento entre as estrias de fadiga fornece informações sobre a velocidade de propagação de trincas.

## Agradecimentos

Cnpq, FINEP, MDT – Ind. Comer. Impor. Exp. de Implantes Ortopédicos, Fapese, Nucem/UFS.

## REFERÊNCIAS

- 1 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.
- 2 DIETER, G. E.; *Mechanical Metallurgy*, Mc Graw-Hill, 1981.
- 3 ANTUNES, R.A.; DE OLIVEIRA, M.C.L., *Corrosion fatigue of biomedical metallic alloys: Mechanisms and mitigation / Acta Biomaterialia* 8, 937–962, 2012.
- 4 ASTM E466-07, *Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials*, 2010.
- 5 GENTIL, V., *Corrosão*. 5<sup>a</sup>. Ed. – Rio de Janeiro: LTC, 1996.
- 6 ANDO, T., et al., *Microstructure and mechanical properties of a high nitrogen titanium alloy*, *Materials Science and Engineering A*, v. 486, 2008.
- 7 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.
- 8 DONG H., et al, *Surface oxidation of a titanium or titanium alloy article*, EP0925381/US patent 6210807, 2001.
- 9 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, Joinville*, 2008.
- 10 KUMAR, S.; *et al.* *Thermal oxidation of Ti6Al4V alloy: Microstructural and electrochemical characterization*. *Materials Chemistry and Physics*, v. 119, p. 337–346, 2010.
- 11 CIMENOGLU, H. et al, *Micro-arc oxidation of Ti6Al4V and Ti6Al7Nb alloys for biomedical applications*. *Materials Characterization*, 62 (304 - 311), 2011.
- 12 FORSGREN, J.; et al. *Formation and adhesion of biomimetic hydroxyapatite deposited on titanium substrates*. *Acta Biomaterialia*, v. 3, p. 980–984, 2007.
- 13 FENG, B. et al. *Characterization of surface oxide films on titanium and adhesion of osteoblast*. *Biomaterials, China*, v. 24, p. 4663–4670, 2003.
- 14 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.
- 15 DONG, H. and BELL, T. *Enhanced wear resistance of titanium surfaces by a new thermal oxidation treatment / Wear* v. 238, 131–137, 2000.
- 16 KUMAR, S., et al. *Surface modification of CP-Ti to improve the fretting-corrosion resistance: Thermal oxidation vs. anodizing*. *Materials Science and Engineering C*, v. 30, p. 921–927, 2010.
- 17 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.
- 18 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.
- 19 ASTM E 3-01, *Preparation of Metallographic Specimens*, 2011.