

AVALIAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE CABEÇAS FEMORAIS USADAS EM IMPLANTES ORTOPÉDICOS APÓS ENSAIO DE SIMULAÇÃO DE DESGASTE¹

Leandro Reis Lidízi²
Rafael Mello Trommer³
Suzana Bottega Peripolli³
Erica Gravina Cravina³
Jorge Trota Filho⁴

Resumo

Neste trabalho estudou-se o impacto que o desgaste causado durante o ensaio de simulação de desgaste (norma ISO 14242-1) pode ter sobre a microestrutura de cabeças femorais fabricadas em aço inoxidável articulando contra polietileno de ultra-alto peso molecular (PEUAPM). A amostra na condição de desgastada foi inicialmente cortada (transversal e sagital), lixada (#180, #360, #600, #1.200 e #1.500) e finalmente polida. A cabeça femoral foi qualitativamente caracterizada quanto a sua composição química por fluorescência de raios X (FRX) e por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) a fim de verificar se os elementos químicos estavam de acordo com o exigido na norma ISO 5832-1. A observação do aspecto metalúrgico (grãos austeníticos, tamanho de grão e presença de ferrita delta), conforme exigência da norma ISO 5832-1, foi realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) e microscópio óptico (MO). A difração de elétrons retro espalhados (EBSD) acoplada ao MEV permitiu mapear a orientação cristalográfica dos grãos das cabeças femorais. Utilizando o MO foi possível determinar o tipo de inclusões, de acordo com a norma ISO 4967. A análise por mapeamento em microsonda EDS acoplada ao MEV foi empregada como técnica auxiliar para a identificação das inclusões. Uma vez que a dureza é um parâmetro que afeta o desgaste, as cabeças femorais foram avaliadas quanto a sua dureza de acordo com a norma ISO 6507-1.

Palavras-chave: Cabeça femoral; Prótese ortopédica; Desgaste; Microestrutura, Tribologia.

EVALUATION OF FEMORAL HEADS MICROSTRUCTURE USED IN ORTHOPAEDIC IMPLANTS AFTER THE WEAR SIMULATION TEST

Abstract

In this work, the impact of wear caused during the wear simulation test (according to ISO 14242-1 Standard) on the microstructure of stainless steel femoral heads articulating against ultra-high molecular weight polyethylene (UHMWPE) was evaluated. The worn femoral head (WFH) was initially cut (transversal and sagittal), grinded (#180, #360, #600, #1,200 e #1,500) and finally polished. The chemical composition of the femoral head was qualitatively characterized by X-ray fluorescence (XRF) and energy dispersive spectroscopy (EDS), aiming to determine the chemical elements according to the specified in the ISO 5832-1 Standard. The metallographic observation (austenitic grain, grain size and presence of delta ferrite), according to ISO 5832-1 Standard, was performed by the use of a scanning electronic microscopy (SEM) and optical microscopy (OM). The crystallographic information of the femoral head was obtained by Electron Backscatter Diffraction (EBSD), coupled to SEM. The type of inclusions, according to the ISO 4967 Standard, was determined by MO. The mapping analysis by EDS coupled to SEM was used as auxiliary technique to the identification of inclusions. Once the hardness affects the wear of the femoral heads, it was evaluated according to the ISO 6507-1 Standard.

Key words: Femoral head; Orthopedic prosthesis; Wear; Microstructure.

¹ Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Técnico, Pesquisador, Divisão de Metrologia de Materiais, Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO), Duque de Caxias, RJ, Brazil.

³ Doutor, Pesquisador, Divisão de Metrologia de Materiais, INMETRO, RJ, Brazil

⁴ Doutor, Pesquisador, Divisão de Metrologia Mecânica, INMETRO, RJ, Brazil.

1 INTRODUÇÃO

Os biomateriais metálicos mais utilizados na fabricação de próteses de quadril, em especial na cabeça femoral, são o de titânio e suas ligas, as ligas de Co-Cr e o de aço inoxidável austenítico. Já a o acetábulo, parte em contato com a cabeça femoral, pode ser de metal, cerâmica ou então o polietileno de ultra-alto peso molecular (PEUAPM). O aço inoxidável austenítico é o mais importante dentre os aços inoxidáveis, tendo como características o fato de não ser magnético, baixo custo e fácil disponibilidade em relação aos demais⁽¹⁾. Este aço apresenta teores de cromo entre 16% a 26% e níquel entre 6% a 22%. Comparado aos outros tipos de aços inoxidáveis, o elevado teor de cromo e níquel confere ao aço inoxidável austenítico uma maior resistência à corrosão e boa resistência à oxidação, conforme descrito na Norma ASTM F138⁽²⁻⁴⁾. Além disto, o aço inoxidável não é endurecível através de um tratamento térmico. Porém, o trabalho a frio pode ocasionar o seu endurecimento. A norma ABNT NBR ISO 5832-1:2008⁽⁵⁾ especifica as características para aços inoxidáveis conformados para uso na fabricação de implantes cirúrgicos. Devido a sua significativa importância no desempenho de próteses de quadril, os problemas relacionados ao atrito e desgaste devem ser sempre considerados para um bom desempenho da prótese. O desgaste é um problema para as juntas de quadril, pois reduz a vida útil da prótese, devido principalmente à formação de partículas de desgaste (debris) podendo levar a uma inflamação com uma consequente necessidade de uma nova cirurgia para substituição da prótese^(6,7). Para a avaliação deste aspecto importante que é o desgaste em próteses femorais, a norma ISO 14242-1⁽⁸⁾ é a mais utilizada para a avaliação do desempenho das próteses. Porém, durante o ensaio de desgaste, as camadas superficiais de metais tendem a se tornar altamente deformadas, tipicamente em uma profundidade de deformação em torno de 40 μm ⁽⁹⁾. Assim, este trabalho teve por objetivo avaliar uma possível alteração na microestrutura da cabeça femoral após o ensaio de simulação de desgaste segundo a norma ISO 14242-1⁽⁸⁾ utilizando técnicas mais avançadas de análise de microestrutura.

2 MATERIAL E MÉTODOS

A cabeça femoral metálica utilizada neste trabalho foi cedida por um fabricante nacional. Foi utilizado um par metal-polímero, compreendendo um acetábulo de UHMWPE com dimensões de \varnothing 56 mm x \varnothing 26 mm e uma cabeça femoral modular de aço inoxidável com \varnothing 26 mm. Foram utilizados seis pares de amostras e um par como controle, sendo este último submetido apenas aos ciclos de carga. Para as cabeças femorais, o mesmo procedimento de limpeza foi adotado. O ensaio foi executado em um equipamento de simulação de desgaste de prótese de quadril AMTI (modelo H52-6-1000) com seis estações ativas e duas estações de controle, instalado no laboratório de Biomateriais e Tribologia (Labit), da Divisão de Metrologia de Materiais (Dimat) do Inmetro. Todos os parâmetros de carga e movimentos executados durante o ensaio de simulação de desgaste de próteses totais de quadril estão descritos na Norma ABNT NBR ISO 14242-1⁽⁸⁾.

Após o ensaio de simulação de desgaste, a cabeça femoral desgastada foi cortada em uma Cortadeira Metalográfica de Precisão (Arotec) em duas direções: sagital e transversal, conforme apresenta a Figura 1. Após o corte, a amostra foi embutida em baquelite, e em seguida lixada em uma sequência de lixas (#180, #360, #600 e #1.200). Posteriormente, a amostra foi polida com pasta de diamante de 15 μm ,

9 μm , 6 μm , 3 μm , 1 μm e 1/4 μm em panos especiais, até obter uma superfície plana e sem defeitos. O polimento final foi realizado em um equipamento de polimento automático (Minimet) com sílica coloidal de 0,06 μm .

Após o polimento e antes do ataque químico, as cabeças femorais foram avaliadas quanto à presença de inclusões do tipo sulfeto, aluminato e silicato, conforme a Norma ISO 4967:1998⁽¹⁰⁾.

A observação da microestrutura das cabeças femorais visou determinar o tamanho de grão bem como a ausência de ferrita delta, de fase sigma ou de fase chi conforme exigido na Norma ABNT NBR ISO 5832-1⁽⁵⁾. Para tal, foi realizado um ataque químico na amostra através da utilização de um reagente preparado com 5 g FeCl_3 , 50 mL de HCl e 100 mL água destilada, durante 1 hora. Este reagente foi preparado conforme descrito na norma ABNT NBR 8108:1983⁽¹¹⁾ e principalmente com o intuito de evitar o uso de ataque eletroquímico.

Uma vez que a dureza é um parâmetro que afeta o desgaste, as cabeças femorais foram avaliadas quanto a esta propriedade de acordo com a norma ISO 6507-1⁽¹²⁾. Foram realizadas 5 medidas na amostra, com uma carga de 1 kgf.

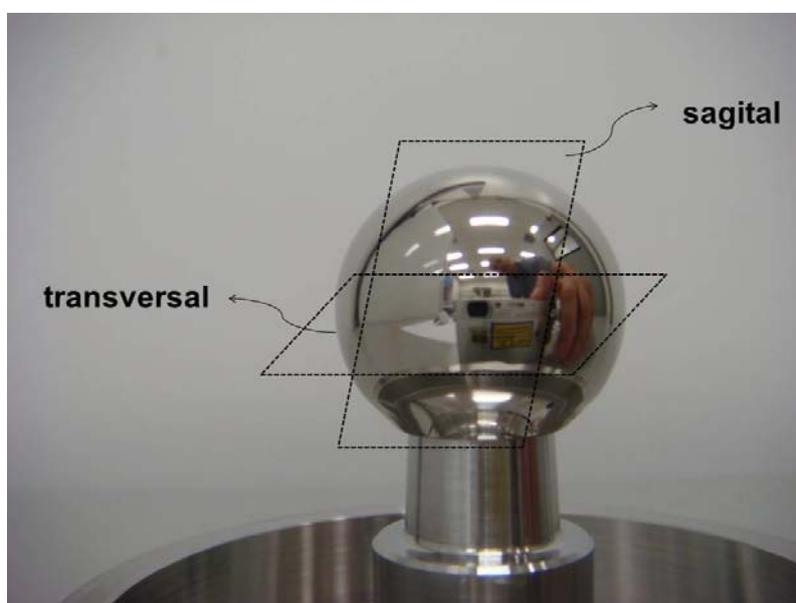


Figura 1. Planos de corte das cabeças femorais desgastadas.

A partir das micrografias obtidas no microscópio ótico (Olympus, modelo BX51M), determinou-se o tamanho de grão do material através do método de interceptos, conforme descrito na norma ASTM E 112-10⁽¹³⁾.

A técnica de difração de raios X (DRX) foi utilizada para a identificação da fase austenítica (γ) no aço inoxidável, em uma faixa de 35-75° com tempo de passo de 1 segundo e passo de 0,02° utilizando um ânodo de cobre ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$).

Através da Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV/FEG) e do Feixe de Íons Focalizados (FIB), observou-se a superfície das cabeças femorais após o ensaio de desgaste, com o objetivo de identificar alguma alteração na microestrutura do aço inoxidável após o desgaste. Nesta técnica, também foi possível com o auxílio do mapeamento por espectroscopia de energia dispersiva (EDS), determinar os elementos químicos presentes nas 3 regiões distintas observadas na amostra (risco, superfície íntegra e camada deposita).

A orientação cristalográfica dos grãos da cabeça femoral desgastada foi obtida através da difração de elétrons retro espalhados (EBSD) acoplada ao MEV.

Com o intuito de verificar os elementos químicos presentes, as cabeças femorais foram qualitativamente caracterizadas quanto a sua composição química por fluorescência de raios X (FRX) e por espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O padrão de difração da cabeça femoral após o ensaio de desgaste é apresentado na Figura 2. Pode-se identificar a presença da fase austenita- γ (JCPDS #33-0397), correspondendo ao aço inoxidável austenítico 304. Além disto, nenhuma outra fase minoritária foi identificada na análise por difração de raios X.

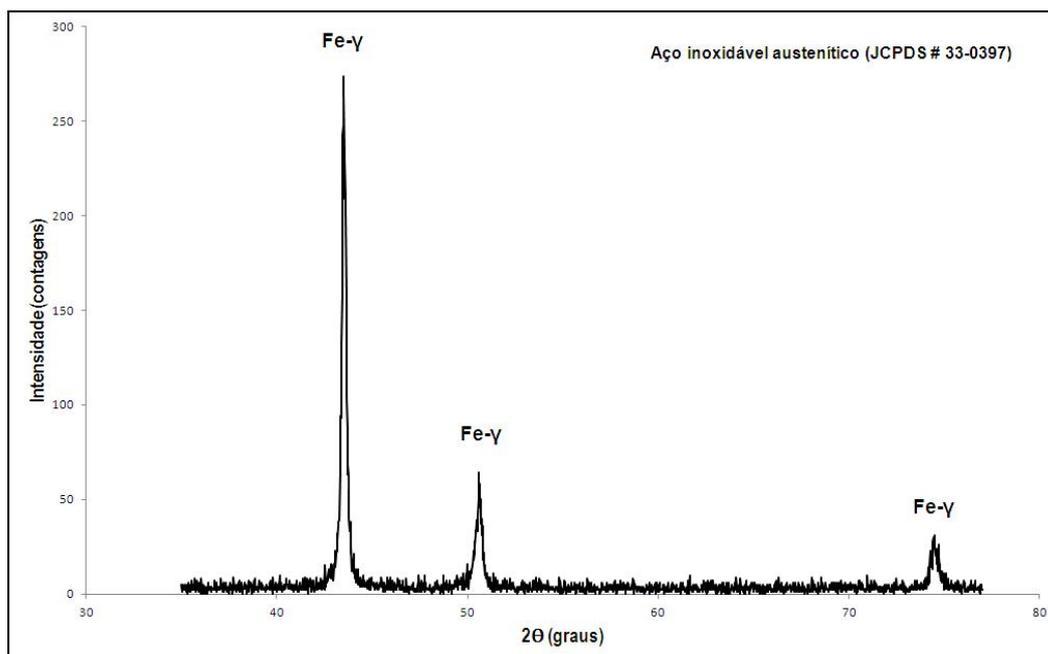


Figura 2. Análise por difração de raios X identificando a fase austenítica do aço inoxidável.

As técnicas de Fluorescência de raios X e Espectroscopia de energia dispersiva (EDS) foram utilizadas para a identificação dos elementos químicos que constituem as amostras de aço inoxidável austenítico. Observando-se a Figura 3, pode-se concluir que tanto no espectro de fluorescência de raios X (Figura 3a) quanto no espectro obtido por EDS (Figura 3b) foram identificados os elementos químicos típicos do aço inoxidável austenítico: ferro, níquel, cromo e molibdênio. Entretanto, devido à falta de padrões, optou-se por não quantificar estes elementos.

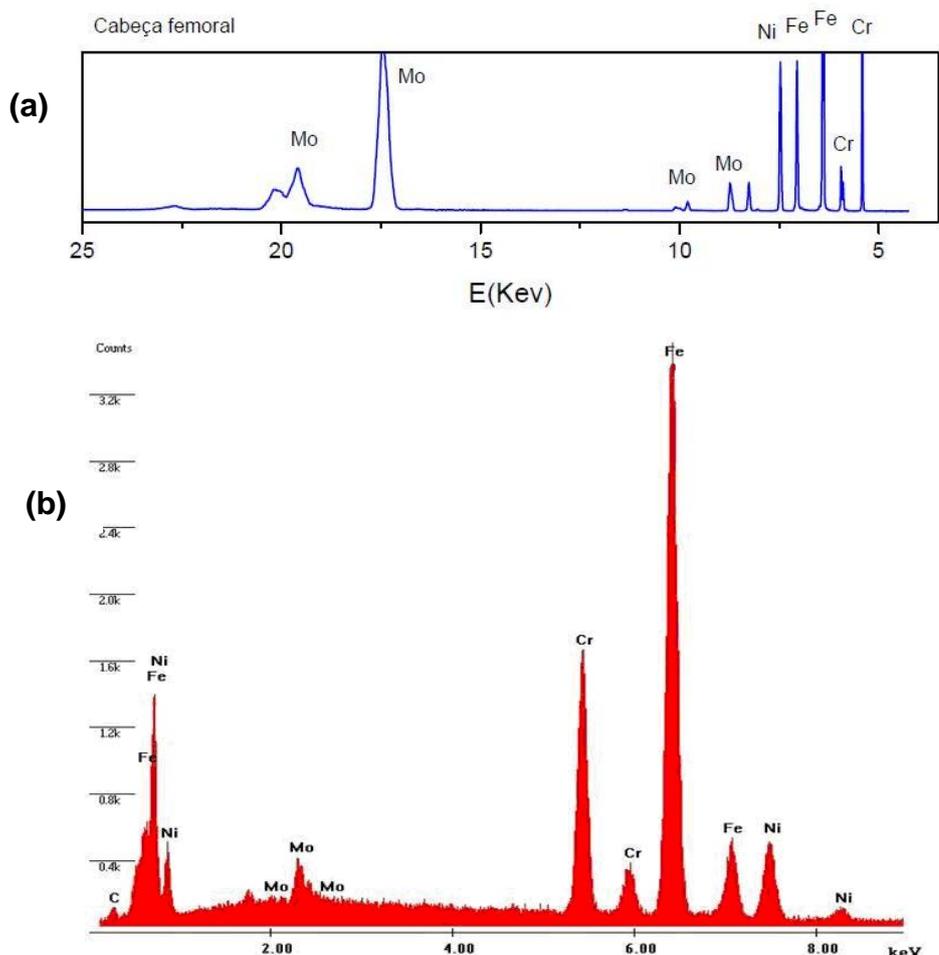


Figura 3. (a) Análise por fluorescência de raios X e (b) Espectro por EDS identificando os microconstituintes químicos da cabeça femoral desgastada.

A norma ABNT NBR ISO 5832-1:2008⁽⁵⁾ menciona que o aço inoxidável utilizado em próteses não deve conter inclusões do tipo sulfetos, aluminatos, silicatos e óxidos globulares. Assim, após o polimento da amostra e antes do ataque químico (micrografia não apresentada), não foi identificado nenhum tipo de inclusão mencionada acima.

As micrografias obtidas por MO após o ataque químico, para a seção transversal e sagital, são apresentadas na Figura 4. De acordo com o procedimento descrito na norma ASTM E 112-10⁽¹³⁾, o tamanho de grão foi determinado como sendo ASTM 7, valor que está de acordo com a exigência da norma ABNT NBR ISO 5832-1:2008⁽⁵⁾. Este tamanho de grão evita um prejuízo nas propriedades mecânicas do aço inoxidável bem como favorece um melhor desempenho do material quanto à sua vida útil em fadiga. Também se pode observar que não há uma diferença na microestrutura do material em relação ao plano sagital e transversal.

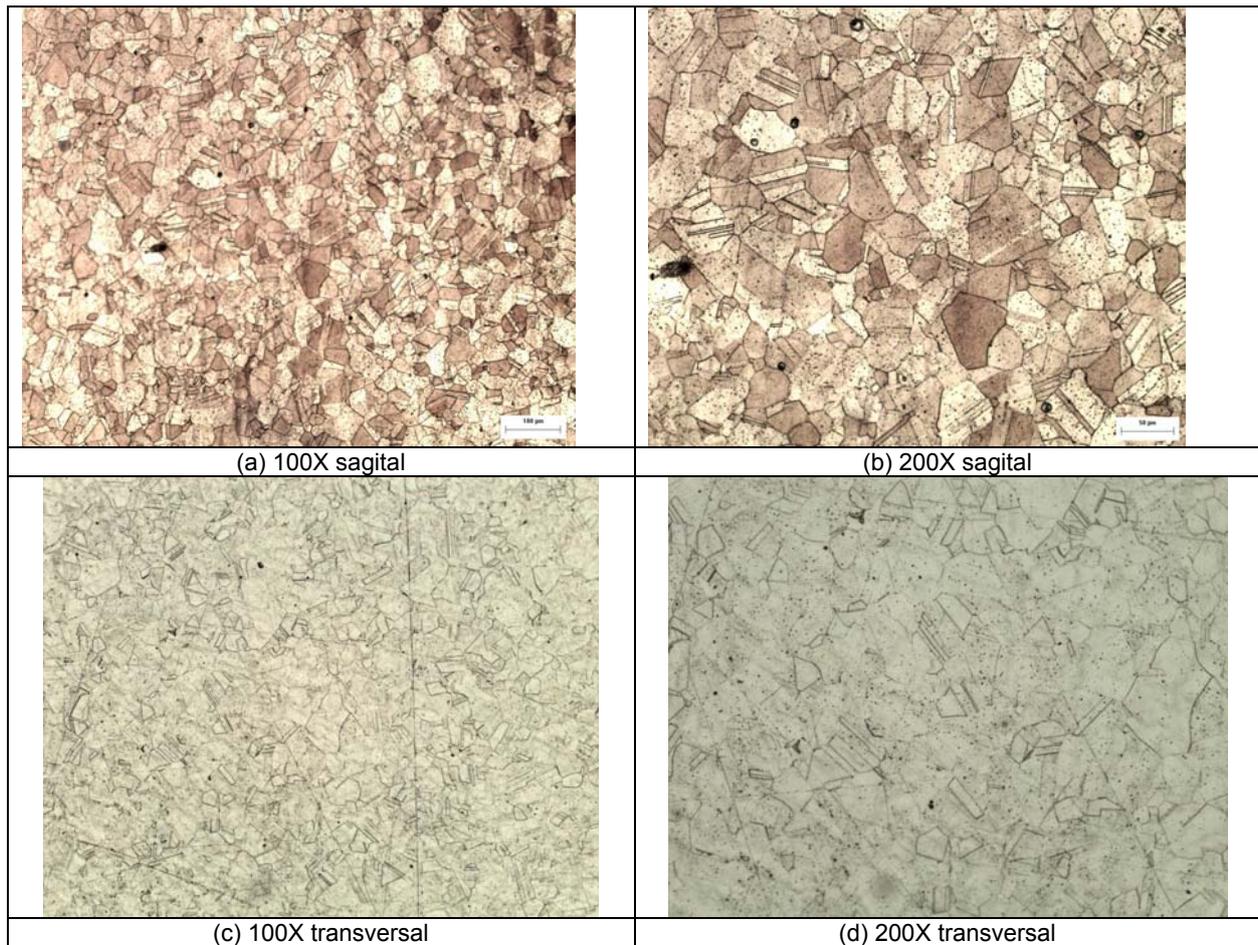


Figura 4. (a, b) Microestrutura obtida por microscopia ótica das seções sagital e (c, d) transversal da cabeça femoral após o ensaio de desgaste.

Após o ensaio de simulação de desgaste, foi possível observar com o auxílio da microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV/FEG) e do feixe de íons focalizados (FIB), uma região da cabeça femoral que apresentou 3 condições distintas: um risco, a superfície íntegra da cabeça femoral e por fim uma camada de material desconhecido; conforme apresenta a Figura 5. Utilizou-se um feixe de íons para desgastar a região selecionada do material, permitindo a observação das regiões logo abaixo da superfície.

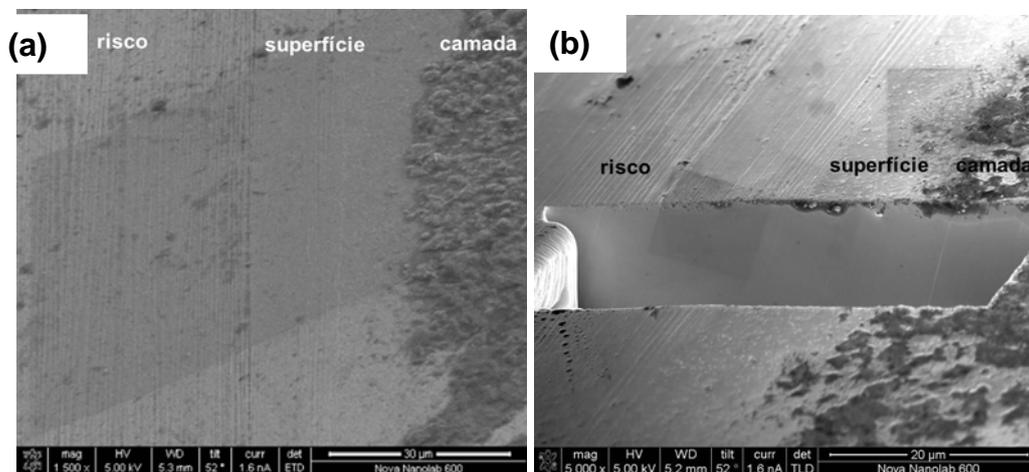


Figura 5. (a) Vista de topo da região da amostra onde foi realizado o corte para análise da microestrutura e (b) respectivas regiões de interesse (risco, superfície íntegra e camada da material).

A presença de um risco na superfície da cabeça femoral pode ser um fato negativo para o desempenho do material quanto ao desgaste. Resultados experimentais, bem como estudos em próteses explantadas, indicam que a presença de riscos e rugosidade elevada na superfície da cabeça femoral aumenta a taxa de desgaste do Polietileno de ultra-alto peso molecular (PEUAPM) utilizado como acetábulo, fato que é a realidade nacional em muitos casos⁽¹⁴⁻¹⁶⁾.

Conforme mencionado anteriormente, existe uma região onde há uma camada de material desconhecido, conforme detalhado em uma magnificação superior na Figura 6. Observando-se a seção transversal, percebe-se que não ocorreu o crescimento desta camada a partir do material. De fato, esta camada está depositada sobre o material, sendo proveniente de algum processo de deposição.

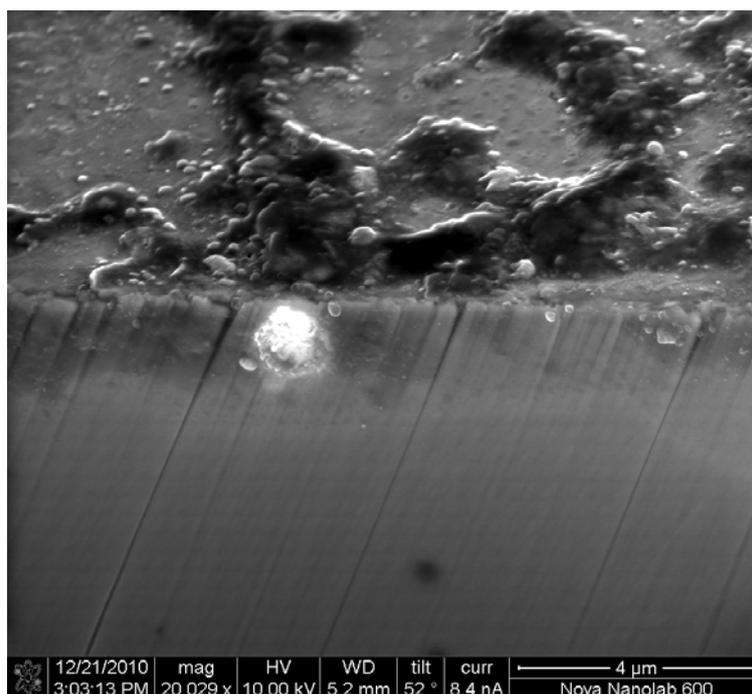


Figura 6. Detalhe da região observada por MEV/FEG apresentando a camada de material desconhecido.

A técnica de Espectroscopia de energia dispersiva (EDS) foi novamente utilizada com o intuito de identificar a composição química do material depositado sobre a cabeça femoral, bem como as outras regiões que apresentavam um risco e a superfície íntegra. A Figura 7 apresenta o mapeamento por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) dos elementos químicos ferro, níquel, silício e oxigênio.

Em relação à região que apresenta riscos e a região que possui a superfície íntegra, nota-se que os elementos químicos estão homoganeamente distribuídos no material de aço inoxidável austenítico.

Porém, os elementos químicos silício e oxigênio apresentam uma maior concentração justamente na região que corresponde àquela camada de material depositado sobre a superfície da cabeça femoral. Assim, pode-se inferir que a camada de material inicialmente desconhecido depositado sobre a superfície do aço inoxidável é formada por óxido de silício (SiO_2).

Em trabalho anterior mencionando os resultados do ensaio de simulação de desgaste, as cabeças femorais analisadas após o ensaio apresentaram uma superfície com aspecto de oxidação devido à presença de uma camada superficial de composição química desconhecida⁽¹⁷⁾. Assim, após a análise de EDS neste

trabalho, pode-se concluir que esta camada depositada sobre o material é provavelmente formada por óxido de silício. Em termos de desgaste de próteses femorais, a presença deste óxido no fluido utilizado durante o ensaio pode iniciar o fenômeno de abrasão do acetábulo, e contribuir para o aumento do desgaste por delaminação do material polimérico do acetábulo. Porém, a origem desta camada de óxido ainda está em estudo, uma vez que o ensaio de simulação de desgaste de próteses de quadril é preparado de modo a evitar a presença de contaminantes.

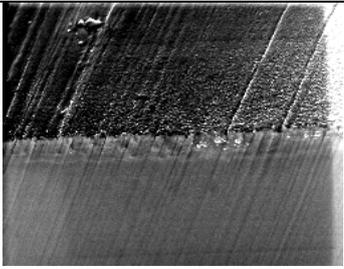
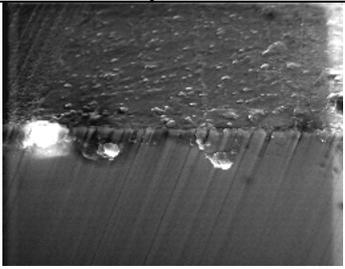
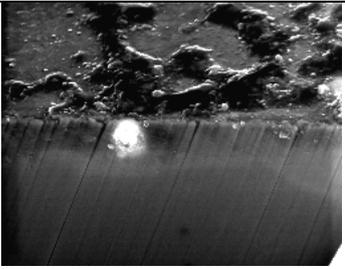
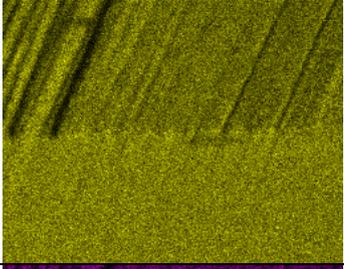
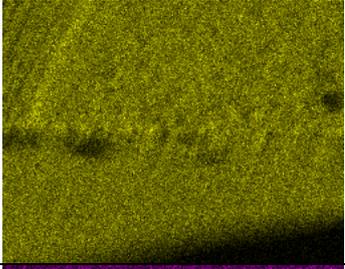
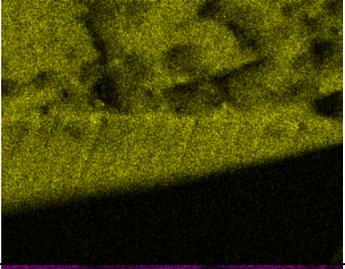
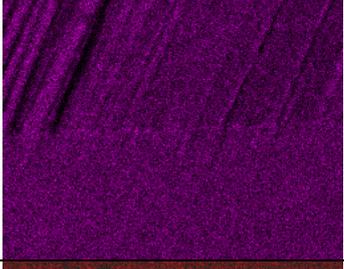
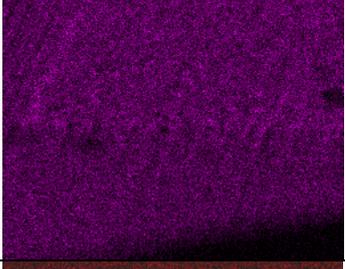
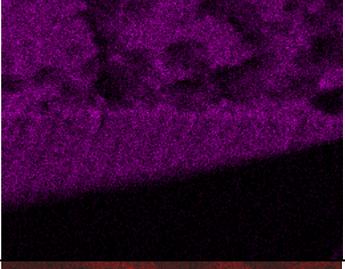
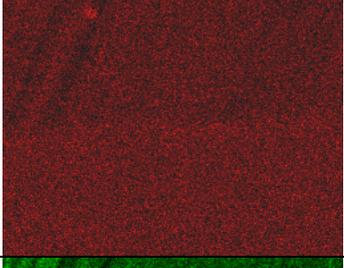
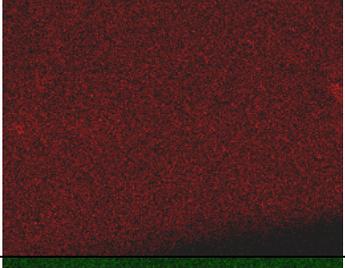
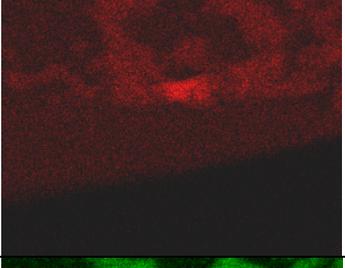
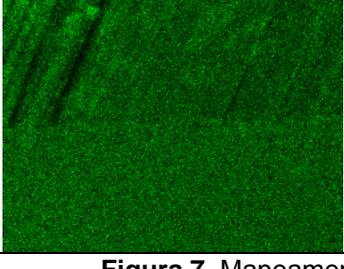
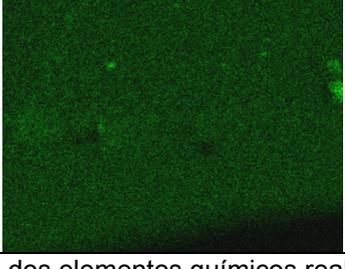
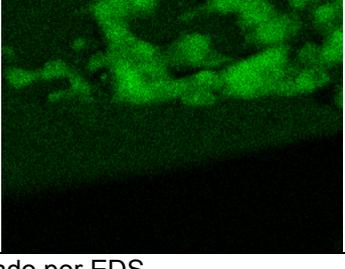
	Risco	Superfície	Camada
MEV			
Fe			
Ni			
Si			
O			

Figura 7. Mapeamento dos elementos químicos realizado por EDS.

A Figura 8 apresenta o mapeamento por EBSD da cabeça femoral desgastada. Esta análise complementar confirma que o material é um aço inoxidável austenítico, com estrutura cúbica de face centrada.

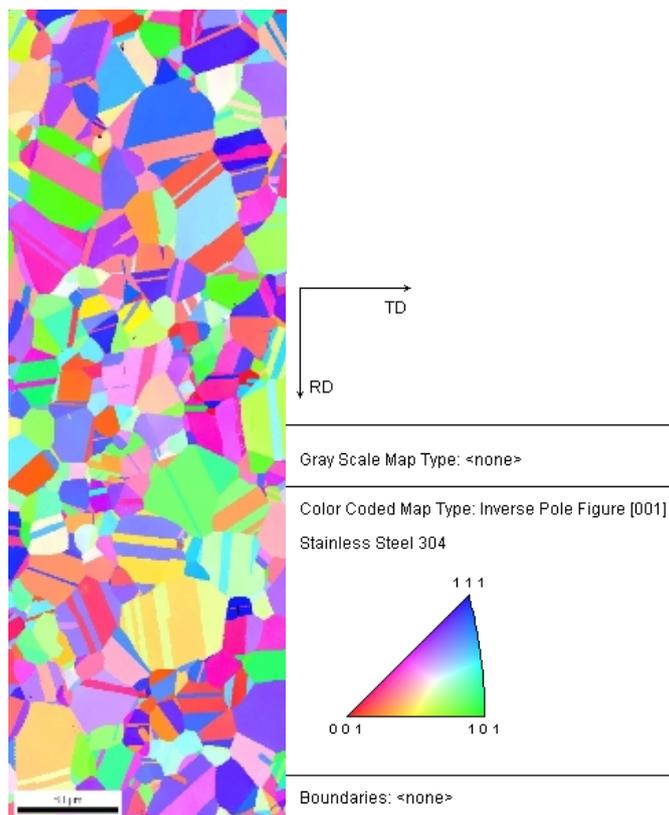


Figura 8. Mapeamento por EBSD de uma região da cabeça femoral desgastada. A legenda de cores no triângulo indica a orientação cristalina de cada grão.

O valor de dureza Vickers (HV), utilizando o durômetro (Instron Wölpert, 1 Kgf a 250 Kgf) na superfície da cabeça femoral, de acordo com a norma ISO 6507-1, foi de 188 ± 14 . Este valor é próximo do reportado por Martins⁽¹⁸⁾, porém para a situação de hastes de próteses de aço inoxidável austenítico. Para o caso da cabeça femoral, o valor obtido neste trabalho também é próximo ao mencionado por Cavalcanti⁽¹⁹⁾.

4 CONCLUSÃO

Conforme exigido na norma ABNT NBR ISO 5832-1, a cabeça femoral analisada é produzida com um material de aço inoxidável austenítico 304, identificado na análise por difração de raios X. Após o ensaio de simulação de desgaste em próteses de quadril, não ocorreu nenhuma alteração na microestrutura do material. Não foi identificado nenhum tipo de inclusão. De acordo com o procedimento descrito na norma ASTM E 112-10, o tamanho de grão foi determinado como sendo ASTM 7, valor que está de acordo com a exigência da norma ABNT NBR ISO 5832-1:2008. Com o auxílio da microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV/FEG) e do feixe de íons focalizados (FIB), foi possível identificar três regiões distintas na cabeça femoral: um risco, a superfície íntegra e uma camada depositada. Pela análise por mapeamento por EDS, conclui-se que a camada de material depositado sobre a superfície do aço inoxidável é formada por óxido de silício (SiO_2). O valor de dureza Vickers foi de 188 ± 14 e está em acordo com os valores reportados na literatura. O aço inoxidável utilizado na fabricação da cabeça femoral está em acordo com o exigido na norma ABNT NBR ISO 5832-1.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao apoio do CNPq, Faperj e Finep/Deprot 01.06.0847.00.

REFERÊNCIAS

- 1 CHIAVERINI, V. Aços e ferros fundidos. Associação Brasileira de Metais, São Paulo, 5^a Ed., 1982.
- 2 ASTM F138. Standard Specification for Wrought 18 Chromium-14 Nickel-2.5 Molybdenum Stainless Steel Bar and Wire for Surgical Implants.
- 3 FARÍAS, M.C.M. Influência da velocidade de deslizamento, da carga normal e da transformação martensítica induzida por deformação plástica na resistência ao desgaste por deslizamento dos aços inoxidáveis austeníticos. Tese de Doutorado, 2004.
- 4 MORAES, F.C. Influência da microestrutura dos aços inoxidáveis (austeníticos, ferríticos e martensíticos) na proteção contra a corrosão por filmes de polianilina. Dissertação de Mestrado, 2006.
- 5 ABNT NBR ISO 5832-1. Implantes para cirurgia - Materiais metálicos. Parte 1: Aço inoxidável conformado.
- 6 CHO, H.J.; WEI, W.J.; KAO H.C.; CHENG, C.K. Wear behavior of UHMWPE sliding on artificial hip arthroplasty materials. *Materials Chemistry and Physics*, v. 88, p. 9-16, 2004.
- 7 SAIKKO, V.O. Wear of the polyethylene acetabular cup: The effect of head material, head diameter, and cup thickness studied with a hip simulator. *Acta Orthopaedica*, v. 66, p. 501-506, 1995.
- 8 ABNT NBR ISO 14242-1:2006 Implantes para cirurgia - Desgaste de próteses totais de articulação do quadril Parte 1: Parâmetros de carregamento e deslocamento para máquinas de ensaios de desgaste e condições do meio para ensaio.
- 9 ASM Metals Handbook, v.18; Friction, Lubrication and Wear Technology, USA, 1992.
- 10 ISO 4967:1998. Steel - Determination of content of nonmetallic inclusions - Micrographic method using standard diagrams.
- 11 ABNT NBR 8108:1983. Ataque com reativos metalográficos em ligas ferrosas.
- 12 ISO 6507-1. Metallic materials - Vickers hardness test - Part 1: Test method.
- 13 ASTM E 112-10. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.
- 14 ITO, H.; MALONEY, C.M.; CROWNINSHIELD, R.D.; CLOHISY, J.C.; MCDONALD, D.J.; MALONEY, W.J. In vivo femoral head damage and its effect on polyethylene wear, *The Journal of Arthroplasty*, v.25, p.302-308, 2010.
- 15 HARAGUCHI, K.; SUGANO, N.; NISHII, T.; SAKAI, T.; YOSHIKAWA, H. OHZONO, K. Influence of polyethylene and femoral head surface quality on wear: A retrieval study. *International Orthopaedics*, v.25, p.29-34, 2001.
- 16 WANG, A.; POLINENI, V.K.; STARK, C.; DUMBLETON, J.H. Effect of femoral head surface roughness on the wear of ultrahigh molecular weight polyethylene acetabular cups. *The Journal of Arthroplasty*, v.13, p.615-620, 1998.
- 17 MARU, M.M.; SENA, L.A.; LIDÍZIO, L.R.; FILHO JUNIOR, W.L.O.; BARROS, W.S.; DAMASCENO, J.C.; ACHETE, C.A. Wear simulation of hip joint prostheses: preliminary results. First International Brazilian Conference on Tribology – TriboBr, 2010.
- 18 MARTINS, S.; SILVA, A.; NICODEMOS, S. Análise estrutural de falhas em implantes coxo-femoral de aço inoxidável austenítico ASTM F138, 6^o Congresso Latino Americano de Órgãos Artificiais e Biomateriais - COLAQB, Gramado, 2010.
- 19 CAVALCANTI, E.H.S., SOUZA, S.M.C., FERREIRA, C.A., CAMPOS, M.M. ABUD, I.C., PALMEIRA, L. Avaliação da resistência à corrosão de prótese total de quadril de aço inoxidável austenítico removida de paciente. 6^o COTEQ - Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos, Salvador, 2002.