

# ESTUDO DA MICROESTRUTURA E COMPORTAMENTO EM FADIGA DA LIGA Ti-6Al-4V APLICADA COMO BIOMATERIAL<sup>1</sup>

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

Vanessa Danielle de Oliveira Fortes<sup>3</sup>

Mikaele Tavares de Almeida Rocha<sup>3</sup>

Sandro Griza<sup>4</sup>

## Resumo

Neste estudo foram realizados tratamentos térmicos na liga Ti-6Al-4V  $\alpha+\beta$  globular a fim de obter diferentes microestruturas aciculares, normalmente encontradas em rotas térmicas de produção de materiais biomédicos tais como forjamento a quente e deposições superficiais a quente. Foram feitos tratamentos térmicos para produzir duas diferentes microestruturas aciculares além de uma camada alfa, que ocorre quando do tratamento térmico em atmosfera rica em oxigênio. Ensaios de fadiga foram realizados baseando-se na norma ASTM E466-07 para as diferentes condições microestruturais. As superfícies de fratura foram analisadas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foram realizadas análises microestruturais e ensaios de dureza Vickers. A caracterização microestrutural da liga Ti-6Al-4V revelou que as diferentes rotas de tratamento térmico levam a modificação microestrutural sendo estas dependentes da temperatura de aquecimento e da taxa de resfriamento. Os resultados indicaram que a microestrutura  $\alpha+\beta$  globular possui maior resistência a fadiga e maior dureza Vickers que as microestruturas  $\alpha+\beta$  aciculares. O ensaio de fadiga revelou também que a resistência a fadiga foi reduzida devido à camada alfa. Análises de MEV evidenciaram a fragilidade da camada alfa.

**Palavras-chave:** Ti-6Al-4V; Microestrutura; Oxidação térmica; Fadiga.

## STUDY ON THE MICROSTRUCTURE AND FATIGUE BEHAVIOR OF THE Ti-6Al-4V ALLOY AS BIOMATERIAL APPLIED

### Abstract

In this study, heat treatments were performed in  $\alpha+\beta$  globular Ti-6Al-4V alloy to obtain different acicular microstructure, typically encountered in thermal routes for the production of biomedical materials such as hot forging and hot surface deposition. Heat treatments were performed to produce two different acicular microstructures and the alpha layer, which occurs when the heat treatment is performed in an oxygen rich atmosphere. Fatigue tests were performed based on ASTM E466-07 for the different microstructural conditions. The fractures were analyzed by scanning electron microscopy (SEM). Microstructural analyzes and Vickers hardness tests were performed. The microstructural characterization of the Ti-6Al-4V alloy revealed that the different heat treatment route leading to microstructural change and such changes are dependent on the heating temperature and cooling rate. The results indicated that the globular  $\alpha+\beta$  microstructure has higher fatigue strength and Vickers hardness than the microstructure acicular  $\alpha+\beta$ . The fatigue test also shows that the fatigue resistance was reduced due to alpha layer. The SEM analysis showed the brittleness of the alpha layer.

**Keywords:** Ti-6Al-4V; Microstructure; Thermal oxidation; Fatigue.

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

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

<sup>3</sup> Graduando (a) em Engenharia de Materiais Universidade Federal de Sergipe, Brasil.

<sup>4</sup> Prof. Dr. P2CEM e da Graduação em Engenharia de Materiais Universidade Federal de Sergipe.

## 1 INTRODUÇÃO

Um dos principais campos de pesquisas na área de implantes biomédicos consiste no desenvolvimento e/ou melhoramento de materiais para artroplastia total de quadril, por ser este o principal procedimento de ortopedia. Outro fator preocupante são os casos relacionados a falhas de próteses que são implantadas em pacientes. Falhas devido ao carregamento dinâmico a baixa tensão, fenômeno conhecido por fadiga, 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>(1)</sup>

Muitas das propriedades mecânicas dos materiais são melhoradas através da modificação microestrutural por meio de aplicação de tratamentos térmicos, dentre elas destaca-se a resistência a fadiga. Assim, é importante investigar a relação entre tratamento térmico, microestrutura e o limite de resistência à fadiga, a fim de determinar quais parâmetros serão ideais para a fabricação de implantes com melhor qualidade.

Um substituto ósseo necessita exibir várias características a fim de ser satisfatório.<sup>(1)</sup> Algumas destas características incluem biocompatibilidade, excelente resistência à corrosão em meio corpóreo e apropriadas propriedades mecânicas em serviço, como alta resistência mecânica e boa resistência à baixo módulo de elasticidade, baixa densidade e boa resistência ao desgaste.<sup>(2-6)</sup>

As propriedades mecânicas e físicas das ligas de Ti combinam-se para prover implantes que são altamente tolerantes a fratura.<sup>(7)</sup> Contudo, a baixa resistência ao cisalhamento e ao desgaste são problemas quando o Ti e suas ligas são usados em cirurgia ortopédica.<sup>(8)</sup> Por isso, seu uso tem sido principalmente limitado a utilização da liga Ti-6Al-4V pois esta apresenta maior resistência mecânica.<sup>(9)</sup>

O titânio apresenta alotropia. À temperatura ambiente possui estrutura hexagonal compacta representada como fase  $\alpha$ . Essa estrutura transforma-se em cúbica de corpo centrado, fase  $\beta$ , a aproximadamente 882°C.<sup>(10-12)</sup> A temperatura de transformação alotrópica pode ser alterada e a manipulação das fases  $\alpha$  e  $\beta$  pode ocorrer através da adição de elementos de liga, sendo esses fatores, a base para modificação de propriedades dos materiais.<sup>(13-15)</sup> Os elementos estabilizadores da fase  $\alpha$  (Al, Sn, Ga, C, O e o N) aumentam a temperatura de transformação alotrópica, ao passo que elementos estabilizadores da fase  $\beta$  (V, Mo, Nb, Cu, Fe, Cr, Zr e o Ta) diminuem esta temperatura.<sup>(12)</sup>

A liga Ti-6Al-4V é considerada a mais importante de todas.<sup>(13)</sup> Sua caracterização microestrutural evidencia a presença das fases  $\alpha$  e  $\beta$ , sendo que é possível obter diferentes arranjos microestruturais através do histórico de processamento e também por meio da aplicação de tratamento térmico à liga. A fase  $\beta$  pode ficar dispersa na matriz  $\alpha$ , como também pode ocorrer o oposto, sendo as microestruturas classificadas como: globular, acicular ou equiaxial, dependendo da sua morfologia. A microestrutura acicular é encontrada disposta em lamelas, apresentando-se na forma martensítica ou em colônias denominadas *basketweave/Widmanstätten*.<sup>(16-18)</sup>

A norma da liga Ti-6Al-4V para uso médico hospitalar, NBR ISO 5832-3,<sup>(19)</sup> determina a condição microestrutural  $\alpha$  mais  $\beta$  globulares finamente dispersas, pois esta condição é a mais favorável tanto para o desempenho mecânico quanto para a resistência a processos corrosivos. Entretanto, diversas rotas térmicas podem ocorrer entre a matéria prima e a forma final do implante em sua fabricação. Dentre as que apresentam maior potencial de mudança microestrutural destacam-se

processos de forjamento a quente e processos de deposição superficial a quente, como por exemplo, a deposição de hidroxiapatita por plasma *spray*.

Quando há elevação da temperatura, o titânio e suas ligas são capazes de absorver oxigênio até cerca de 40% em massa atômica, em solução sólida no seu retículo cristalino.<sup>(13)</sup> Dessa forma, a alta reatividade do Ti e suas ligas à temperatura elevada resulta na formação de uma camada cerâmica na superfície, composta de óxido de titânio, TiO<sub>2</sub>, e de uma camada de difusão na qual predomina a fase hexagonal que é comumente denominada camada alfa.

A literatura tem relatado que a presença de TiO<sub>2</sub> na superfície de implantes melhora a interação implante/tecido ósseo pois o titânio oxidado termicamente propicia condições adequadas para uma maior atividade das células.<sup>(20-22)</sup> Já a formação da camada alfa normalmente conduz a um aumento na dureza da superfície e consequente melhoria das propriedades tribológicas.<sup>(23-25)</sup>

Na literatura também são encontrados trabalhos relatando que ligas oxidadas termicamente apresentaram menor vida em fadiga para uma mesma tensão quando comparado com o mesmo material não oxidado.<sup>(13,15,23)</sup>

Apesar de existir informações que a camada alfa pode afetar as propriedades de fadiga, pelos poucos trabalhos publicados não se pode ter certeza que tal fato era decorrente de parâmetros específicos aplicados no determinado estudo ou se para um determinado componente submetido a qualquer rota de oxidação térmica, será prejudicado em maior ou menor proporção.<sup>(13)</sup>

Assim, esse trabalho apresenta como proposta investigar a influência de fatores microestruturais e de superfície no comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V que tem sido extensivamente aplicada como biomaterial.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

Neste trabalho será utilizada a liga Ti-6Al-4V, fornecida 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 12mm de diâmetro.

Na literatura relata-se que a temperatura de transição  $\alpha \rightarrow \beta$  para a liga Ti-6Al-4V é cerca de 995°C.<sup>(17)</sup> Assim, é sugerido que a transformação  $\alpha \rightarrow \beta$  pode ocorrer da seguinte maneira: a 900°C encontra-se quantidades intermediárias da fase  $\beta$  no campo  $\alpha + \beta$ , à 950°C localiza-se alta concentração de  $\beta$  no campo  $\alpha + \beta$  e acima de 1.000°C é constatado formação completa da fase  $\beta$ . Os tratamentos térmicos realizados tiveram o intuito de avaliar a microestrutura resultante a partir de diferentes concentrações da fase  $\beta$ .

Após recebimento do material foram cortados pedaços das barras, com espessura ou diâmetro semelhante às dimensões reais do modelo de corpo de prova considerado para o ensaio de fadiga, para realização de tratamentos térmicos. Em seguida realizaram-se as seguintes rotas de tratamento térmico:

- tratamento 1: tratamento de solubilização a 960°C por 1h, seguido de resfriamento em água;
- tratamento 2: tratamento de solubilização a 1.000°C por 1h, seguido de resfriamento ao ar; e
- tratamento 3: tratamento de solubilização a 1.020°C por 1h, seguido de resfriamento em água e tratamento subsequente de envelhecimento a 750°C por 2h.

Para realização dos tratamentos térmicos, o forno foi aquecido à temperatura desejada, para cada tratamento, e em seguida a amostra foi colocada dentro do

forno. Passado o tempo estipulado a amostra foi retirada e submetida ao método de resfriamento especificado.

A caracterização microestrutural foi realizada através de análise metalográfica conforme a Norma ASTM E3-01<sup>(26)</sup> para a liga de Ti-6Al-4V como recebida e também para as amostras tratadas termicamente.

Após o tratamento térmico foi realizado novo corte e as amostras foram embutidas em resina polimérica lixadas uma a uma seguindo uma sequência de lixas d'água de SiC com granulometria variada (120 a 1.500) e polidas utilizando-se pasta de diamante de 6 $\mu$ m, 3 $\mu$ m e 1 $\mu$ m. Posteriormente foi realizado ataque químico na amostra com reagente Kroll para revelar a microestrutura. A técnica usada foi a imersão da amostra durante o tempo de 60 segundos. Em seguida as micrografias foram obtidas em um microscópio óptico modelo Carl Zeiss Axio Scope A.1.

Foi realizado ensaio de dureza em um durômetro Vickers modelo Vickers Hardness FV-700. Para cada amostra foram realizadas cinco indentações em posições aleatórias. Aplicou-se uma carga de 10kgf por 15 segundos sobre a amostra polida e foi medida a impressão da indentação na peça para determinação do valor de dureza. O ensaio foi realizado de acordo com a ASTM E92.<sup>(27)</sup>

Os ensaios de fadiga foram realizados em uma máquina servo-hidráulica MTS Bionix modelo 3070.02 com célula de carga de 15KN e razão de carregamento R=0,1. Para os ensaios de fadiga usinou-se um total de quinze corpos de prova baseando-se na Norma ASTM E466-07.<sup>(28)</sup>

Os quinze corpos de prova foram separados em três grupos. O primeiro grupo é constituído por sete corpos de prova, material como recebido (condição 1). Estes foram lixados até a granulometria 1.200 para minimizar os defeitos superficiais resultantes do processo de usinagem. O segundo grupo é constituído por cinco corpos de prova sendo que estes receberam o Tratamento Térmico 2, após usinagem, e através de desgaste abrasivo foi removido cerca de 0,5mm de seu diâmetro em cada corpo de prova após realização do tratamento térmico (condição 2) seguindo-se com o processo de lixamento até a granulometria de 1.200. O terceiro grupo é constituído por apenas três corpos de prova, sendo que estes também receberam o Tratamento Térmico 2. No entanto, este grupo diferencia-se do segundo por não ter sofrido redução significativa no diâmetro do corpo de prova após realização do Tratamento Térmico 2 e assim ser possível manter uma camada de oxidação na superfície que, evidenciada por microscopia ótica. Neste grupo, após o tratamento térmico, as amostras foram apenas lixadas até a granulometria 1.200 (condição 3).

Para as condições 2 e 3 foi escolhido esse tratamento térmico por apresentar uma condição severa de aquecimento (1.000°C) e o resfriamento ao ar, condição facilmente encontrada em rotas de processamento da liga (forjamento ou plasma spray, por exemplo).

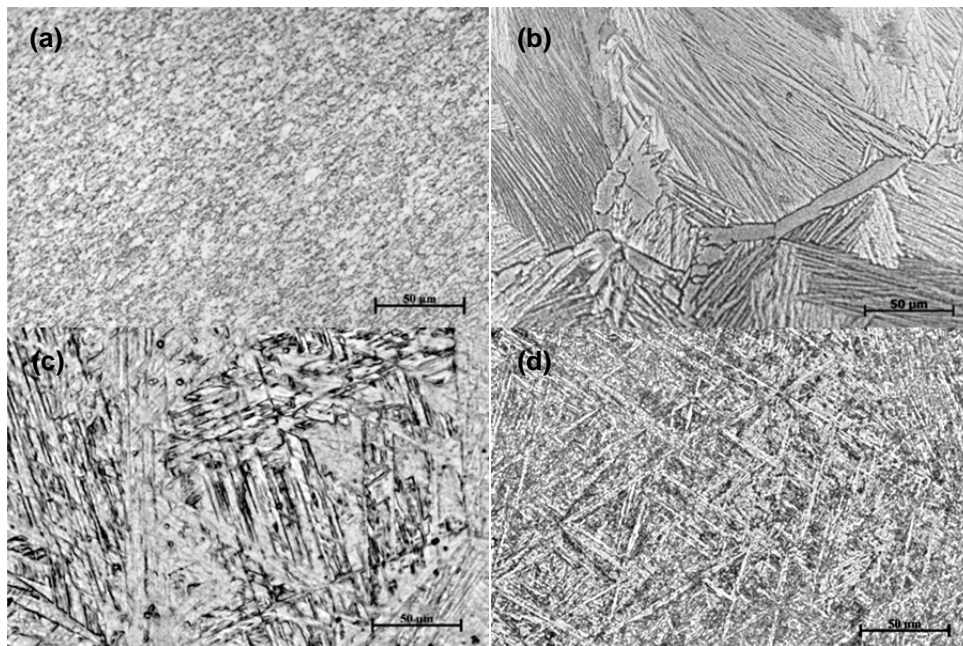
O primeiro corpo de prova na condição 1 foi ensaiado a um nível de tensão máxima equivalente ao limite de escoamento do material encontrado na literatura. O limite de escoamento para a liga de Ti-6Al-4V pode variar entre os valores de 830MPa (liga recozida) e 1.103 MPa (liga tratada termicamente por solução sólida e envelhecida).<sup>(29)</sup> Dessa forma, optou-se por ensaiar o primeiro corpo de prova a tensão de 1.100MPa. Para os demais corpos de prova, foram utilizadas tensões sucessivamente mais baixas.

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada para observar com maior detalhe as superfícies de fratura dos corpos de prova após ensaio de fadiga. As amostras analisadas por MEV desse trabalho foram realizadas em um equipamento

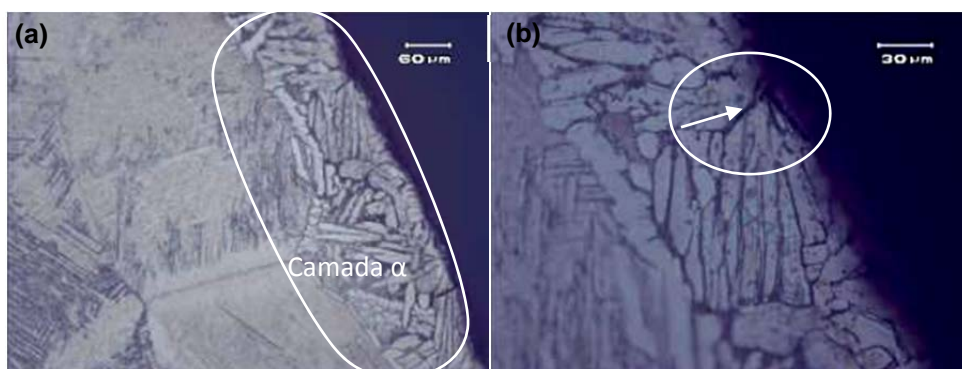
JEOL JCM-5700 Carry Scope. Nessas análises foram identificados os principais mecanismos de fratura.

### 3 RESULTADOS

A análise metalográfica teve como objetivo obter a caracterização morfológica da liga Ti-6Al-4V e fornecer uma melhor compreensão da formação das fases  $\alpha$  e  $\beta$ , que estão presentes na amostra conforme procedimento descrito anteriormente. A Figura 1 apresenta as microestruturas antes após o emprego dos tratamentos térmicos.



**Figura 1.** Microestrutura da liga Ti-6Al-4V, (a) material como recebido; (b) após tratamento térmico 1; (c) após tratamento térmico 2; e (d) após tratamento térmico 3. Ataque realizado com o reagente Kroll. Aumento de 500 X.



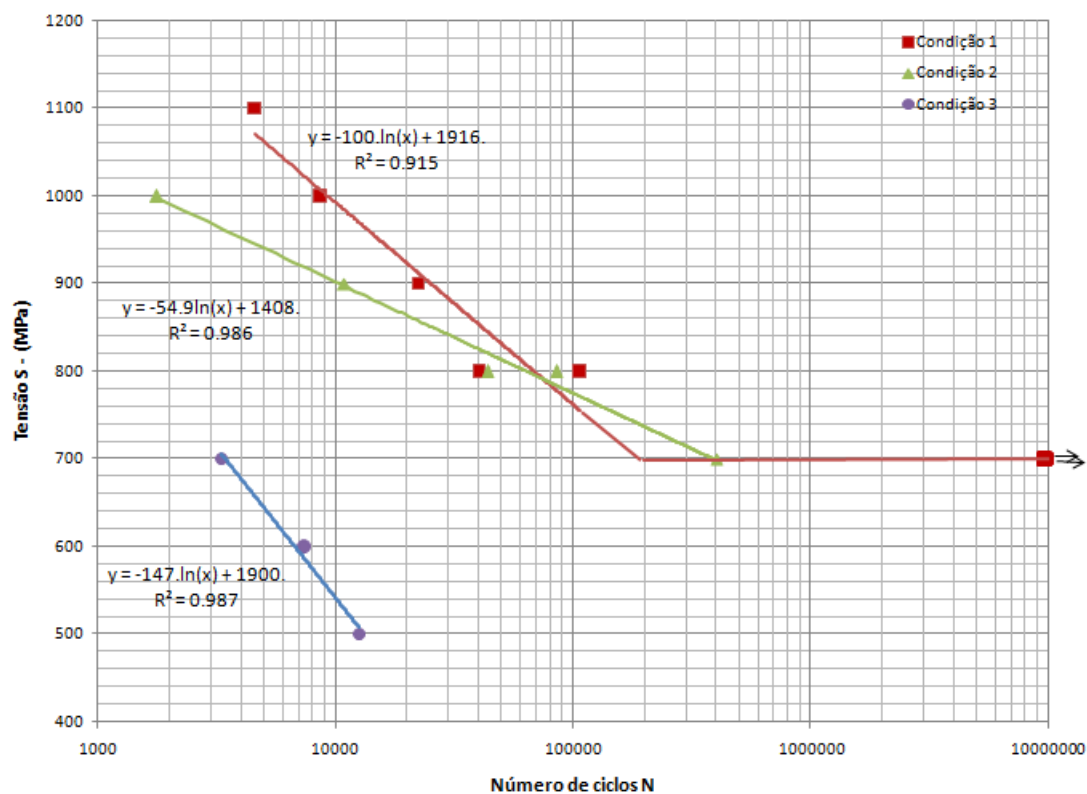
**Figura 2.** Efeito da oxidação térmica na superfície da liga Ti-6Al-4V após tratamento térmico 2. Aumento de (a) 200x; e (b) 500x.

Os tratamentos térmicos realizados nos corpos de prova utilizados para o ensaio de fadiga foram conduzidos em atmosfera não controlada provocando a formação de uma camada rica em oxigênio (camada alfa) que pode ser visualizada na Figura 2. Os resultados do ensaio de dureza Vickers são apresentados na Tabela 1. Também é apresentado o desvio padrão referente ao ensaio de dureza para cada amostra.

**Tabela 1.** Resultado de dureza Vickers e seu respectivo desvio padrão

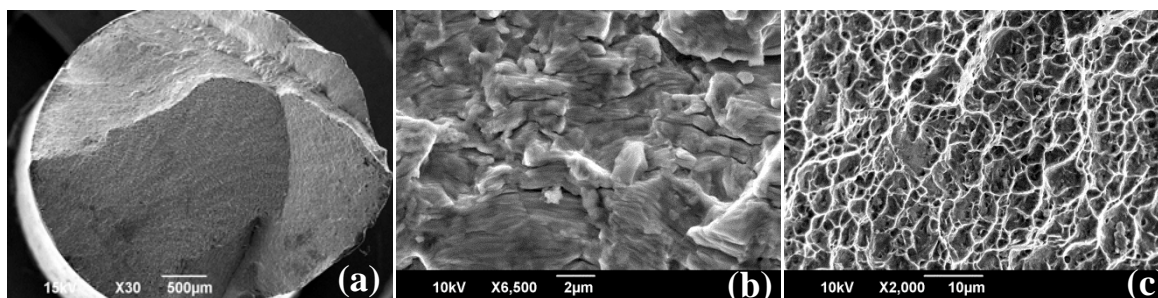
Amostra	Média de Dureza Vickers (HV <sub>10</sub> )	Medida do Desvio Padrão
Como recebida	363	5
Após tratamento térmico 1	313	6
Após tratamento térmico 2	336	6
Após tratamento térmico 3	348	7

A Figura 3 mostra as curvas de resistência à fadiga obtida para cada condição, suas respectivas equações correspondentes a curva de tendência para o ensaio de fadiga, e seus respectivos R<sup>2</sup>.



**Figura 3.** Curvas de resistência à fadiga do Ti-6Al-4V para as três diferentes condições analisadas.

As Figuras 4 a 6 apresentam imagens da análise fractográfica da liga Ti-6Al-4V após ensaio de fadiga obtidas por microscopia eletrônica de varredura.



**Figura 4.** Microscopia eletrônica de varredura para o corpo de prova ensaiado na condição 1.

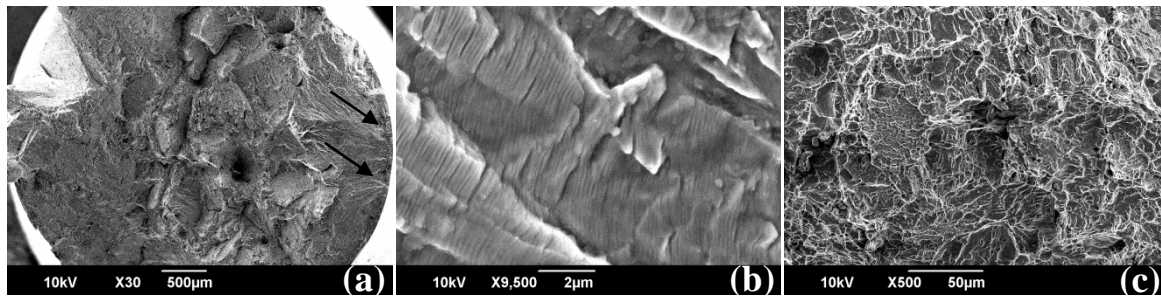


Figura 5. Microscopia eletrônica de varredura para o corpo de prova ensaiado na condição 2.

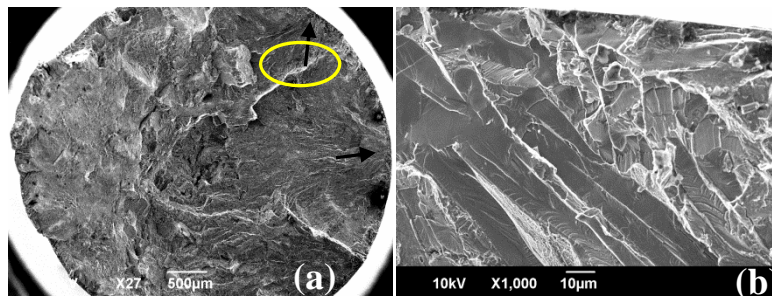


Figura 6. Microscopia eletrônica de varredura para o corpo de prova ensaiado na condição 3.

#### 4 DISCUSSÃO

Na análise metalográfica das barras de Ti-6Al-4V como recebida Figura 1a, observa-se a presença de duas fases, revelando a microestrutura presente nesta liga sendo uma mistura das fases  $\alpha$  e  $\beta$  globular.<sup>(16)</sup> A fase  $\alpha$  é caracterizada como sendo a fase mais clara enquanto que a fase  $\beta$  é caracterizada pelas regiões escuras. Notou-se que a fase  $\beta$  encontra-se distribuída homogeneamente na fase  $\alpha$ . O aspecto de uma microestrutura refinada composta de grãos da fase  $\alpha+\beta$  globulares está de acordo com a Norma NBR ISO 5832-3.<sup>(19)</sup> Essa estrutura refinada confere à liga excelentes propriedades mecânicas e resistência à corrosão.

O tratamento térmico 1 resultou em uma microestrutura formada por grãos grosseiros (Figura 1b), com a presença de uma subestrutura no interior dos grãos compostas pelas fases  $\alpha$  e  $\beta$  acicular. Esta subestrutura é formada por lamelas da fase  $\alpha$  dentro de grãos originariamente  $\beta$ .<sup>(16,30)</sup> Também pode ser observada predominância da fase  $\beta$  nos contornos lamelares dos subgrãos.

O aumento da temperatura para aplicação do tratamento térmico 2 (chegando a 1.000°C) levou a microestrutura para o campo da fase  $\beta$ . Na Figura 1c foi apresentada a microestrutura obtida após esse tratamento térmico. A existência de estruturas distintas, delineadas por vários contornos de grão, onde coexistem as estruturas  $\alpha$  primária e estruturas lamelares indicando a presença da fase  $\alpha$  lamelar e uma estrutura martensítica<sup>(10)</sup> foi observada. Observou-se também uma microestrutura mais grosseira com a presença de grãos maiores e mais alongados na forma de colônias de lamelas que se entrelaçam, comumente chamada de Widmanstätten. Essa estrutura é constituída de grãos  $\alpha$ , com forma acicular, formados a partir da fase  $\beta$ . Esta se encontra prioritariamente nos contornos de grãos.<sup>(16-18)</sup>

A Figura 1d apresentou a estrutura obtida após realização do tratamento térmico 3. É observada uma microestrutura totalmente martensítica formada por grãos originalmente  $\beta$ . Estudos relatam que altas taxas de resfriamento induzem a formação de uma microestrutura fina, totalmente  $\beta$ , ao contrário de taxas lentas que favorecem o crescimento de grão e a transformação  $\beta \rightarrow \alpha$  em forma de lamelas mais

espessas.<sup>(10,31)</sup> Dessa forma, pode-se afirmar que a taxa de resfriamento é um parâmetro muito importante no controle da espessura de estruturas lamelares. Também, pode-se afirmar que para uma taxa de resfriamento menor provavelmente haveria a formação da fase  $\alpha$  acicular na forma de lamelas.

A alta reatividade do Titânio a elevada temperatura, decorreu no aparecimento de uma camada alfa resultante da dissolução de oxigênio para o interior da liga Ti-6Al-4V através do processo de difusão.

A camada alfa, enriquecida em oxigênio, pôde ser visualizada na Figura 2. É possível observar uma camada mais clara contínua ao redor de toda a superfície da amostra (Figura 2a). Na Figura 2b é apresentado um detalhe da Figura 2a, no qual é apontada a presença de uma região passível de se iniciar uma trinca de fadiga. Outras regiões semelhantes a esta foram encontradas na superfície da camada alfa. Ao se investigar a morfologia da camada alfa é possível visualizar a presença de grãos grosseiros que apresentam contornos bem definidos.

O ensaio de dureza consiste em uma medida da resistência de um material a uma deformação plástica localizada.<sup>(29)</sup> Neste trabalho, os resultados do ensaio de dureza Vickers apresentados na Tabela 1 mostraram o maior valor de dureza para a amostra do material como recebido o que sugere que esta microestrutura possui melhores propriedades mecânicas. Nota-se que para esta amostra obteve-se o menor valor de desvio padrão. Isso pode ser explicado devido a uma maior homogeneidade das fases presentes para esta amostra.

Considerando a liga Ti-6Al-4V na condição 1, microestrutura  $\alpha+\beta$  globular, o ensaio de fadiga foi realizado para determinar o limite de resistência à fadiga. Foram testados sete corpos de prova sendo os dois últimos ensaiados a uma tensão de 700 MPa. Estes não romperam até  $10^7$  ciclos o que caracteriza o limite de resistência à fadiga (Figura 3, condição 1). Isso sugere que abaixo dessa tensão o material analisado pode sofrer um número infinito de ciclos sem que ocorra a fratura.

Também pode ser visualizado na Figura 3a tendência da curva de Wöhler por meio de cinco corpos de prova testados na condição 2. Estes foram ensaiados com o objetivo de determinar parte da curva de fadiga e avaliar a resistência à fadiga em função da microestrutura formada pelas fases  $\alpha+\beta$  acicular resultante do tratamento térmico 2. Para essa condição observou-se uma diminuição da vida em fadiga para os dois primeiros corpos de prova ensaiados, quando estes são comparados aos corpos de prova que possuem microestrutura  $\alpha+\beta$  globular ensaiados às mesmas tensões. Baseando-se em dois corpos de prova ensaiados a 800 MPa, não se pode afirmar que houve redução ou aumento na vida em fadiga quando comparado à condição 1. A dispersão dos resultados para esta tensão não permite avaliar este parâmetro com exatidão. Para o corpo de prova ensaiado a 700 MPa, percebe-se uma redução significativa na vida em fadiga. Por fim, nota-se que não foi determinado o limite de resistência à fadiga para a condição 2. Com base nesses dados é possível afirmar que o limite de fadiga da condição 1 é maior que o da condição 2. Porém, alguns ensaios a mais serão necessários para que o limite de resistência desta condição seja estabelecido e possa ser feita uma comparação quantitativa em relação à condição 1.

Considerando o ensaio de dureza Vickers, observa-se que para o material na condição 2 houve uma redução na resistência à deformação plástica localizada. Essa diferença não é significativa quando se leva em conta a variação dos resultados. No entanto, a partir do resultado de dureza, já é possível estimar uma possível redução na vida em fadiga para a condição 2.



A tendência da curva de Wöhler para corpos de prova na condição 3, também é apresentada na Figura 3 com o intuito de investigar a influência da camada alfa na vida em fadiga da liga Ti-6Al-4V formada pelas fases  $\alpha+\beta$  acicular. Percebe-se uma redução significativa na vida em fadiga para condição 3 supostamente provocada pela presença da camada alfa na superfície.

O aumento do tamanho de grão normalmente reduz as propriedades mecânicas dos metais. Os contornos de grão são regiões passíveis de propagação de trincas que podem ser iniciadas a partir da superfície por meio da aplicação de cargas cíclicas. Devido à combinação desses fatores, pode-se sugerir que a morfologia da camada alfa favorece a iniciação de trincas. Pois a microestrutura da camada alfa apresenta-se na forma de lamelas que em algumas regiões estão orientadas na direção quase perpendicular à superfície (Figura 2b). Este pode ser um fator que contribui para iniciação de trincas de fadiga.

É encontrado na literatura que a fácil iniciação da trinca pode ser atribuída à diferença significativa entre o módulo de elasticidade na superfície da camada alfa (que pode apresentar valor próximo ao módulo de elasticidade da fase  $\text{TiO}_2$  – 230MPa) e o interior da liga (Ti-6Al-4V – 110 GPa a 120GPa). Em tal sistema trincas prematuras podem aparecer na superfície e a partir da zona de difusão de oxigênio a uma tensão mais baixa.<sup>(23)</sup>

Na Figura 4 foi ilustrado o padrão fractográfico do corpo de prova ensaiado em fadiga axial da liga Ti-6Al-4V na condição 1. Pode ser observada a frente de propagação das trincas a partir da superfície na Figura 4a, dando seguimento a uma região plana de propagação estável das trincas e uma região de transição entre a propagação de trinca e a ruptura por sobrecarga, estrias de fadiga são apresentadas na Figura 4b características do ensaio de fadiga e, por último é mostrada uma região fibrosa e dúctil correspondente a ruptura final do corpo de prova (Figura 4c). Essa região fibrosa é encontrada nas regiões com inclinação a 45° do plano de propagação das trincas de fadiga.

A Figura 5 ilustrou o padrão fractográfico do corpo de prova ensaiado na condição 2. Pelas imagens obtidas, são observadas na Figura 5a duas frentes de propagação de trincas. Na Figura 5b, são observadas estrias de fadiga encontradas a uma distanciada superfície de aproximadamente 500 $\mu\text{m}$ . Após a região de propagação inicial das trincas de fadiga, observa-se o desenvolvimento de microcavidades que pode ser visualizada a baixo aumento na Figura 5c. Uma estrutura uniforme com *dimples* de pouca profundidade também pode ser notada. O aspecto de fratura rugosa é indicativo de grãos grosseiros.

O padrão fractográfico do corpo de prova na condição 3 é apresentado na Figura 6. Observa-se vários pontos de iniciação e propagação de trincas na Figura 6a. De maneira geral, nota-se que a superfície de fratura do corpo de prova preparado para o ensaio de acordo com a condição 3 é semelhante ao corpo de prova preparado na condição 2. Porém, a semelhança é apenas até certo ponto. Ao se investigar com maior aumento regiões próximas à superfície do corpo de prova na condição 3 consegue-se visualizar o efeito da camada alfa. Na Figura 6b é apresentada a região delineada pela elipse da Figura 6a, observa-se na superfície de fratura uma morfologia semelhante à encontrada na análise metalográfica para a camada alfa. A fratura apresenta aspecto frágil na qual se evidencia o descolamento de grãos da camada alfa e a presença de clivagem na superfície do corpo de prova. O aspecto de fratura rugosa é indicativo de grãos grosseiros.

## 5 CONCLUSÕES

A caracterização microestrutural da liga Ti-6Al-4V revelou que diferentes rotas de tratamento térmico leva a modificação microestrutural sendo a microestrutura dependente do histórico de processamento da liga e principalmente da temperatura de aquecimento e da taxa de resfriamento imposta.

Os resultados de dureza Vickers revelaram que a microestrutura  $\alpha+\beta$  globular possui melhor resistência a deformação plástica localizada.

O ensaio de fadiga revelou que a vida em fadiga foi reduzida para ambos os grupos de corpos de prova tratados termicamente e preparados na condição 2 e na condição 3 que apresentam microestrutura  $\alpha+\beta$  acicular. A redução da vida em fadiga foi mais significativa para a amostra na condição 3 devido a presença de uma camada de difusão do oxigênio (camada alfa) que torna frágil a superfície da liga Ti-6Al-4V.

A microscopia eletrônica de varredura evidenciou a fragilidade da camada alfa por meio da morfologia da superfície de fratura. E revelou que as superfícies de ruptura de amostras com diferentes microestruturas seguem mecanismos de ruptura divergentes.

## Agradecimentos

Cnpq, Finep, MDT – Ind. Comer. Impor. Exp. de Implantes Ortopédicos, Fapese, NUCEM/P2CEM/UFES.

## REFERÊNCIAS

- 1 AZEVEDO, C. R. F. & HIPPERT JR., E., Cad. Saúde Pública, Rio de Janeiro, 18(5):1347-1358, 2002.
- 2 GUNAWARMAN, B., et al., Mechanical properties of Ti-4,5Al-3V-2Mo-2Fe and possibility for healthcare applications, Materials Science and Engineering, v. 25, 2005.
- 3 ZHOU, Y. L., NIINOMI, M., AKAHORI, T., Effects of Ta content on Young's modulus and tensile properties of binary Ti-Ta alloys for biomedical applications, Materials Science and Engineering A, v. 371, 2004.
- 4 BOEHLERT, C.J., et al., Tensile and fatigue evaluation of Ti-15Al-33Nb (at.%) and Ti-21Al-29Nb (at.%) alloys for biomedical applications, Materials Science and Engineering C, v. 25, 2005.
- 5 BANERJEE, R., NAG, S., FRASER, H. L., A novel combinatorial approach to the development of beta titanium alloys for orthopaedic implants, Materials Science and Engineering C, v. 25, 2005.
- 6 NAG, S., BANERJEE, R., FRASER, H.L., A novel combinatorial approach for understanding microstructural evolution and its relationship to mechanical properties in metallic biomaterials, ActaBiomaterialia, v. 3, 2007.
- 7 TADDEI, E.B., et al., Production of new titanium alloys for orthopedic implants, Materials Science and Engineering, v. C24, 2004.
- 8 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.
- 9 ANDO, T., et al., Microstructure and mechanical properties of a high nitrogen titanium alloy, Materials Science and Engineering A, v. 486, 2008.
- 10 MORCELLI A. E., Estudo dos micromecanismos de deformação e fratura da liga de ti-6al-4v utilizando-se técnicas de microscopia eletrônica e difração de raios x. Tese de Doutorado. IPEN/USP, São Paulo, 2009.

- 11 RAABE, D., et al., Theory-guided bottom-up design of  $\beta$ -titanium alloys as biomaterials based on first principles calculations: Theory and experiments, *ActaMaterialia*, v. 55, 2007.
- 12 SANDER, B., RAABE, D., Texture inhomogeneity in a Ti-Nb-based  $\beta$ -titanium alloy after warm rolling and recrystallization, *Materials Science and Engineering A*, v. 479, 2008.
- 13 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.
- 14 LEINENBACH, C.; EIFLER, D. Influence of oxidation treatment on fatigue and fatigue-induced damage of commercially pure titanium, *ActaBiomaterialia*, v. 5, p. 2810–2819, 2009.
- 15 LÜTJERING, G.; WILLIAMS, J. C. *Titanium*. 2<sup>a</sup>. ed. Berlin: Springer, 2007.
- 16 *ASM Handbook Metals vol. 9, Metallography and Microstructures*, ASM International, 10th Edition *Metals Handbook*, published in 1991.
- 17 DING, R., GUO, Z.X., WILSON, A., Microstructural evolution of a Ti-6Al-4V alloy during thermomechanical processing, *Materials Science and Engineering A327 (2002)* 233–245.
- 18 GIL, F.J. et al. The effect of cooling rate on the cyclic deformation of b-annealed Ti-6Al-4V, *Materials Science and Engineering A349 (2003)* 150-155.
- 19 NBR ISO 5832-3, *Implants for surgery -- Metallic materials-- Part 3: Wrought titanium 6-aluminium 4-vanadium alloy*, 1996.
- 20 CIMENOGLU, H. et al, Micro-arc oxidation of Ti6Al4V and Ti6Al7Nb alloys for biomedical applications. *Materials Characterization*, 62 (304 - 311), 2011.
- 21 FORSGREN, J.; et al. Formation and adhesion of biomimetic hydroxyapatite deposited on titanium substrates. *ActaBiomaterialia*, v. 3, p. 980–984, 2007.
- 22 FENG, B. et al. Characterization of surface oxide films on titanium and adhesion of osteoblast. *Biomaterials, China*, v. 24, p. 4663–4670, 2003.
- 23 LI, C.X. et al. Effect of ceramic conversion surface treatment on fatigue properties of Ti6Al4V alloy / *International Journal of Fatigue* 29 (2007) 2273–2280.
- 24 DONG, H. and BELL, T. Enhanced wear resistance of titanium surfaces by a new thermal oxidation treatment / *Wear* 238 (2000) 131–137.
- 25 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.
- 26 *ASTM E 3-01, Preparation of Metallographic Specimens*, 2001.
- 27 *ASTM E 92, Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials*, 1997.
- 28 *ASTM E466-07, Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials*, 2010.
- 29 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.
- 30 CHAO, J. and LOPEZ, V., Failure analysis of a Ti-6Al-4V cementless HIP prosthesis, *Engineering Failure Analysis* 14 (2007) 822–830.
- 31 ZITNANSKY, M. and CAPLOVIC, L., Effect of the thermomechanical treatment on the structure of titanium alloy Ti6Al4V / *Journal of Materials Processing Technology* 157–158 (2004) 643–649.