

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE MECÂNICA
CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**FRANCIELLI ROXADELLI
RODRIGO BAHLS RAMOS**

**INFLUÊNCIA DA RUGOSIDADE NO COMPORTAMENTO AO DESGASTE DE
AÇOS INOXIDÁVEIS NITRETADOS PARA USO EM BIOMATERIAIS**

**CURITIBA
2019**

**FRANCIELLI ROXADELLI
RODRIGO BAHLS RAMOS**

**INFLUÊNCIA DA RUGOSIDADE NO COMPORTAMENTO AO DESGASTE DE
AÇOS INOXIDÁVEIS NITRETADOS PARA USO EM BIOMATERIAIS**

Monografia do Projeto de Pesquisa apresentada à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso - Tcc2 do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para aprovação na disciplina.

Orientadora: Prof^a. Marjorie Benegra
Coorientadora: Prof^a. Ane Cheila Rovani

CURITIBA

2019

TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos a monografia do Projeto de Pesquisa "INFLUÊNCIA DA RUGOSIDADE NO COMPORTAMENTO AO DESGASTE DE AÇOS INOXIDÁVEIS NITRETADOS PARA USO EM BIOMATERIAIS", realizado pelos alunos Francielli Roxadelli e Rodrigo Bahals Ramos, como requisito para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso II, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Prof^a. Dra. Marjorie Benegra
DAMEC, UTFPR
Orientadora

Prof. Dr. Euclides Alexandre Bernardelli
DAMEC, UTFPR
Avaliador

Prof. Dr. Giuseppe Pintaúde
DAMEC, UTFPR
Avaliador

Curitiba, 26 de junho de 2019

AGRADECIMENTOS

Ao concluir este trabalho gostaríamos de agradecer todo apoio recebido de nossos familiares durante toda nossa trajetória acadêmica.

A orientadora Marjorie Benegra e coorientadora Ane C. Rovani que nos deram total suporte para realização desta pesquisa.

Aos professores Giuseppe Pintaúde e Euclides A. Bernardelli pela disponibilidade de participar da conclusão desta pesquisa e pelas contribuições acerca deste trabalho.

Agradecemos a todos os estagiários dos laboratórios, em especial ao João por disponibilizar um pouco do seu tempo para nos auxiliar com a preparação das amostras e ao Lucas por todo apoio durante a realização dos tratamentos no laboratório de plasma.

RESUMO

Roxadelli, Francielli; Ramos, Rodrigo Bahls. Influência da rugosidade no comportamento ao desgaste dos aços inoxidáveis nitretados para uso em biomateriais. 76 f. Trabalho de conclusão de curso – Tcc2, Bacharelado em Engenharia Mecânica, Departamento Acadêmico de Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2019.

Aços inoxidáveis podem ser utilizados como biomateriais para confecção de implantes ortopédicos e dentários. A integração do metal com o corpo humano ocorre na superfície do material que é também a região de maior sollicitação, portanto a mais susceptível a degradação (TALHA *et. al.*, 2013; PARK e LAKES, 2007). Tratamentos superficiais de nitretação a plasma são usualmente empregados para melhorar a resistência ao desgaste e a corrosão dos aços inoxidáveis, além de exercer efeito bactericida (CASTELETTI *et al.*; 2010). Sabe-se que implantes com superfícies rugosas favorecem a osseointegração (BRANDÃO, 2010). Com objetivo de estudar a influência da rugosidade na resistência ao desgaste dos aços inoxidáveis 304 e 316L nitretados a plasma para aplicação biomédica, foram preparadas superfícies de aços inoxidáveis 304 e 316L, com rugosidade de #400 e polidas em solução de diamante de até 9 μm . Posteriormente nitretadas a plasma com temperatura de 400 °C por 4 horas. As análises foram feitas com microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura, difração de raios-X, medidas de dureza Vickers com cargas de 490,3 mN e 980,7 mN, perfilometria, ensaios de riscamento com carga variando de 2 a 8 N e ensaios de desgaste. A nitretação a plasma promoveu maior resistência ao desgaste e o uso do reator de parede quente foi eficaz para manter a rugosidade superficial das amostras. Porém, as amostras de aço 316L sofreram efeito de borda apresentando uma camada nitretada não uniforme, apresentando resultados inferiores ao aço 304. As amostras lixadas obtiveram um melhor desempenho quando comparadas às amostras polidas, apresentando uma carga crítica cerca de 30% maior.

Palavras-chave: Aços Inoxidáveis. Biomateriais. Nitretação. Rugosidade. Desgaste.

ABSTRACT

Roxadelli, Francielli; Ramos, Rodrigo Bahls. Influence of roughness on wear behavior of nitrided stainless steels for use in biomaterials. 76 p. Undergraduate Thesis, Mechanical Engineering, Academic Mechanical Engineering Department, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 20XX.

Stainless steels can be used as biomaterials for the preparation of orthopedic and dental implants. The integration of the metal with the human body occurs on the surface of the material which is also the region of greatest stress, therefore the most susceptible to degradation (TALHA *et. al.*, 2013; PARK e LAKES, 2007). Surface treatments of plasma nitriding are usually employed to improve the wear and corrosion resistance of stainless steels, in addition to having a bactericidal effect (CASTELETTI *et al.*; 2010). It is known that implants with rough surfaces favor osseointegration (BRANDÃO, 2010). In order to study the influence of the roughness on the wear resistance of plasma nitrided 304 and 316L stainless steels for biomedical application, surfaces of 304 and 316L stainless steels, having a #400 roughness and polished in diamond solution of up to 9 micrometres were prepared. Subsequently nitrided to plasma with a temperature of 400°C for 4 hours. The analyzes were done with optical microscopy, scanning electron microscopy, X-ray diffraction, Vickers hardness measurements with 490.3mN and 980.7mN loads, profilometry, scratch tests with load ranging from 2 to 8N and wear tests. Plasma nitriding promoted greater wear resistance and the use of the hot wall reactor was effective to maintain the surface roughness of the samples. However, the samples of 316L steel showed a non-uniform nitrided layer, presenting lower results than the 304 steel. The sanded samples obtained a better performance when compared to the polished samples, presenting a critical load about 30% higher.

Keywords: Stainless steel. Biomaterials. Nitriding. Roughness. Wear.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação esquemática da recomposição do filme passivo.....	19
Figura 2 - Prótese de malha mandibular	21
Figura 3 - Formação de nitretos FeN na superfície da amostra durante a nitretação a plasma.....	22
Figura 4 - Micrografias obtidas por microscopia óptica das seções transversais dos aços inoxidáveis AISI 304L nitretados durante três horas às temperaturas de 350 °C (a), 400 °C (b), 450 °C (c) e 500 °C (d)	24
Figura 5 - Micrografias obtidas por microscopia óptica das seções transversais dos aços inoxidáveis AISI 316L nitretados durante três horas às temperaturas de 350 °C (a), 400 °C (b), 450 °C (c) e 500 °C (d)	25
Figura 6 - Micrografia das amostras de aço inoxidável AISI 304 para diferentes atmosferas de tratamento: (a) 80%N ₂ +20%H ₂ ; (b) 25 %N ₂ +75%H ₂ ; (c) 10%N ₂ +90%H ₂	28
Figura 7 - Coeficiente de desgaste em relação ao tempo de ensaio.....	32
Figura 8 - Esquema gráfico da tipologia dos desvios presentes na superfície (irregularidades). Forma (desvio de retitude, planeza, circularidade, etc) (a), Ondulação (b), Rugosidade (c), arrancamento (d), perfil total (soma de todos os desvios) (e).....	33
Figura 9 - Exemplo de medida Sa para perfil 3D.....	34
Figura 10 - Exemplo de medida Sq para perfil 3D.....	35
Figura 11 - Exemplo das medidas Sp (a) e Sv (b) para perfil 3D	35
Figura 12 - Exemplo da medida Sz para perfil 3D.....	36
Figura 13 - Fluxograma das etapas do projeto.....	38
Figura 14 - Representação esquemática do reator e seus componentes	41
Figura 15 - Procedimento de revestimento de cobre.....	42
Figura 16 - Amostras preparadas para metalografia.....	43
Figura 17 - Montagem do equipamento e componentes para testes de microabrasão	45
Figura 18 - Ensaio de microabrasão	46
Figura 19 - Área de teste para a microabrasão	46
Figura 20 - Vista superior das camadas nitretadas formadas na superfície do aço AISI304 (a) e do aço AISI 316L (b).	49
Figura 21 - Micrografias obtidas por MEV das seções transversais do aço inoxidável AISI 304 com acabamento lixado na granulometria 400 mesh (a) e com acabamento polido (b).	51
Figura 22 - Micrografias obtidas por MEV das seções transversais do aço inoxidável AISI 316L com acabamento lixado na granulometria 400 mesh para o anel de erosão 1 (a), para o anel de erosão 2 (b), para o anel de erosão 3 (c) e com acabamento polido para o anel de erosão 1(d), para o anel de erosão 2 (e), para o anel de erosão 3 (f).....	52
Figura 23 - Difratogramas das amostras do aço AISI 304 com identificação dos picos da fase.	54
Figura 24 - Difratogramas das amostras do aço AISI 316L com identificação dos picos da fase	54
Figura 25 – Parâmetros de rugosidade média As e Sq comparando os valores obtidos para os aços lixados à 400 mesh sem tratamento de nitretação a plasma (AISI 304 (L)	

e AISI 316 L (L)) e os aços lixados à 400 mesh após o tratamento de nitretação a plasma (AISI 304 (LN) e AISI 316 L (LN)).....	57
Figura 26 - Parâmetros de rugosidade para amplitude de pico (Sp), amplitude de vale (Sv) e amplitude total (Sz) obtidos para os aços lixados à 400 mesh sem tratamento de nitretação a plasma (AISI 304 (L) e AISI 316 L (L)) e os aços lixados à 400 mesh após o tratamento de nitretação a plasma (AISI 304 (LN) e AISI 316 L (LN))	58
Figura 27 - Comparação dos resultados de dureza Vickers (HV) para as amostras de aços AISI 316L sem tratamento e com tratamento de nitretação a plasma os diferentes anéis de erosão.	60
Figura 28 - Comparação dos resultados de dureza Vickers (HV) para as amostras de aços AISI 304 sem tratamento e com tratamento de nitretação a plasma.....	61
Figura 29 - Desempenho ao desgaste do aço AISI 304 pré e pós-tratamento de nitretação em diferentes acabamentos superficiais	62
Figura 30 - Desempenho ao desgaste do aço AISI 304 pré e pós-tratamento de nitretação em diferentes acabamentos superficiais	62
Figura 31 - Micrografias obtidas por MEV das calotas formadas durante o ensaio de desgaste para o aço AISI 304.....	63
Figura 32 - Micrografias obtidas por MEV das calotas formadas durante o ensaio de desgaste para o aço AISI 316L.....	64
Figura 33 - Coeficiente de atrito para uma variação de carga de 2N a 8N, para as mostras tratadas por meio de nitretação dos aços AISI 304 e AISI 316L com acabamento polido e lixado à 400 mesh.....	65
Figura 34 - Microscopia do início, zona de carga crítica e final dos riscos produzidos sobre a camada de austenita expandida da amostra de aço AISI 304 com acabamento lixado em 400 mesh.....	66
Figura 35 - Microscopia do início, zona de carga crítica e final dos riscos produzidos sobre a camada de austenita expandida da amostra de aço AISI 304 com acabamento polido	66
Figura 36 - Microscopia do início, zona de carga crítica e final dos riscos produzidos sobre a camada de austenita expandida da amostra de aço AISI 316L com acabamento com acabamento lixado em 400 mesh.....	67
Figura 37 - Microscopia do início, zona de carga crítica e final dos riscos produzidos sobre a camada de austenita expandida da amostra de aço AISI 316L com acabamento polido	67

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química dos aços inox AISI304 e AISI304L.....	20
Tabela 2 - Composição química dos aços inox AISI316 e AISI316L.....	21
Tabela 3 - Relação das amostras preparadas.....	39
Tabela 4 - Parâmetros analisados na perfilometria.	40
Tabela 5 - Parâmetros utilizados nos tratamentos de nitretação por plasma.....	41
Tabela 6 - composição dos gases para os tratamentos de nitretação por plasma....	42
Tabela 7 - Composição do reagente Marble.	43
Tabela 8 - Relação dos ensaios de microabrasão	46
Tabela 9 - Composição química dos principais elementos dos aços AISI 304 e AISI 316L em estado de fornecimento (sem tratamentos associados).	50
Tabela 10 - Composição química dos principais elementos do aço AISI 304 após nitretação.....	50
Tabela 11 - Composição química dos principais elementos do aço AISI 316L após nitretação, para cada anel formado.	50
Tabela 12 – Valores médios da espessura das camadas formadas na superfície do aço AISI 316L nitretado a plasma por quatro horas a diferentes acabamentos superficiais.	53
Tabela 13 - Valores médios da espessura das camadas formadas na superfície do aço AISI 304 nitretado a plasma por quatro horas a diferentes acabamentos superficiais.	53
Tabela 14 - Resultado da perfilometria para as amostras lixadas e polidas de AISI304 e AISI 316L não nitretadas.....	55
Tabela 15 - Resultado da perfilometria para as amostras lixadas e polidas de AISI 304 após nitretação.....	56
Tabela 16 - Resultado da perfilometria para as amostras nitretadas.	56
Tabela 17 - Relação das durezas obtidas em HV (Vickers) para o aço AISI 304.....	59
Tabela 18 - Relação das durezas obtidas em HV (Vickers) para o aço AISI 316L lixado.	59
Tabela 19 - Relação das durezas obtidas em HV (Vickers) para o aço AISI 316L polido.	59
Tabela 20 - Posições da zona crítica e a força normal atuante.....	68

LISTA SIGLAS E ACRÔNIMOS

ABM	Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineiraç�o
ABNT	Associaç�o Brasileira de Normas T�cnicas
AISI	American Iron and Steel Institute
ANVISA	Ag�ncia Nacional de Vigil�ncia Sanit�ria
ASM	American Society of Materials
ASTM	American Society of Testing Materials
CMCM	Centro Multiusu�rio de Caracterizaç�o de Materiais
DAMEC	Departamento Acad�mico de Mec�nica
DRX	Difracç�o de Raios-X
EDS	Espectroscopia de Dispers�o em Energia
ENEMET	Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metal�rgica
MEV	Microsc�pio Eletr�nico de Varredura
MO	Microscopia �ptica
SAE	Society of Automative Engineers
UTFPR	Universidade Tecnol�gica Federal do Paran�

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Descrição	Unidade
A	Área da seção transversal das amostras	mm ²
b	Raio da calota	mm
E	Espessura da camada nitretada	Mm
E	Potencial	V
E _{pp}	Potencial de início da passivação	mV
E _{trans}	Potencial de início da região anódica transpassiva	mV
F	Força	N
J	Densidade de corrente elétrica	A/cm ²
k	Coefficiente de desgaste	mm ³ /Nmm
L	Distância entre apoios da esfera	mm
P	Pressão	Torr, Pa
R	Raio da esfera	mm
T	Temperatura	°C
t	Tempo	s, min
V	Volume	mm ³
V	Tensão	Volts
Símbolos gregos		
∅	Diâmetro	mm, μm
γ	Austenita	-
γ _N	Austenita expandida	-
θ	Ângulo	o
λ	Comprimento de onda	Hz

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.	16
2.1	BIOMATERIAIS	16
2.2	AÇOS INOXIDÁVEIS	17
2.2.1	AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS	20
2.3	TRATAMENTOS SUPERFICIAIS DE NITRETAÇÃO A PLASMA	22
2.4	PARAMETROS DE NITRETAÇÃO A PLASMA DE AÇOS INOXIDÁVEIS E FORMAÇÃO DA AUSTENITA EXPANDIDA	23
2.5	DESGASTE	28
2.6	MICROABRASÃO	29
2.7	RUGOSIDADE	32
2.8	PERFILOMETRIA 3D	34
2.9	RELAÇÃO ENTRE A RUGOSIDADE DOS IMPLANTES E A ADESÃO CELULAR	36
3	METODOLOGIA	38
3.1	MATERIAL E PREPARO DAS AMOSTRAS	38
3.2	CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL	39
3.3	NITRETAÇÃO	40
3.3.1	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS NITRETADAS	42
3.3.2	PREPARO DAS AMOSTRAS NITRETADAS PARA A MICROSCOPIA	42
3.4	ANÁLISES	43
3.4.1	MICROSCOPIA OPTICA E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	43
3.5	MICROABRASÃO	45
3.6	RISCAMENTO	47
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	49
4.1	ASPECTO VISUAL DAS AMOSTRAS NITRETADAS	49
4.2	COMPOSIÇÃO QUÍMICA	50
4.3	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	51
4.4	PERFILOMETRIA INICIAL	55
4.5	ANÁLISE DA MICRODUREZA	59
4.6	DESGASTE ABRASIVO POR ESFERA ROTATIVA	61
4.7	ENSAIO DE RISCAMENTO	65
5	CONCLUSÃO	69
	REFERÊNCIAS	70

1 INTRODUÇÃO

O investimento no desenvolvimento de implantes ortopédicos e odontológicos provém da crescente preocupação social com o aumento da expectativa de vida. Estes dispositivos clínicos denominados biomateriais, substituem ou auxiliam partes do corpo humano a desempenhar suas funções de forma adequada, proporcionando melhor qualidade de vida ao paciente (PARKS e BRONZINO, 2002).

Considera-se como biomaterial todo material, de origem sintética ou natural, que é empregada como um todo, ou parte integrante de um sistema para tratamento, ampliação ou substituição de quaisquer tecidos, órgãos ou funções corporais. Estes biomateriais podem distinguir-se quanto à sua interação com os tecidos adjacentes, sendo eles biotoleráveis como os que provocam uma reação orgânica de encapsulamento fibroso; os bioinertes que têm uma interação biológica mínima com os tecidos adjacentes e assim a presença do encapsulamento fibroso são reduzidos; os materiais bioativos que interagem ativamente com o organismo incorporando-se aos tecidos adjacentes e os materiais bioabsorvíveis ou reabsorvíveis que, após um tempo variável em serviço, são degradados, solubilizados ou fagocitados pelo organismo (GOMES, 2010).

São encontrados no mercado biomateriais metálicos, cerâmicos, poliméricos (sintéticos ou naturais) e compósitos. Cada biomaterial possui uma combinação de propriedades, determinadas por sua estrutura, composição e processamento, benéficas em algumas situações, porém com possíveis limitações em outras condições específicas, tais como a rugosidade do implante (GOMES, 2010).

Os materiais metálicos são os mais utilizados em aplicações médicas, sendo os mais comumente empregados: aços inoxidáveis; ligas de titânio e; ligas de cobalto (DAVIS, 2003). Estes materiais são populares devido à significativa resistência mecânica e ao fato de sofrerem deformações plásticas anteriores a falha.

O titânio e suas ligas aparecem na maioria dos estudos a respeito de implantes metálicos devido suas características ótimas quanto à resistência a corrosão em meios biológicos, mas seu custo elevado traz a necessidade de estudar materiais alternativos. Os aços inoxidáveis conferem boa resistência mecânica e uma baixa relação custo-benefício, trazendo à tona um importante nicho de estudo a respeito do comportamento físico-químico desses materiais em meios que simulem as condições do corpo humano (VILLAMIL *et. al.*, 2010).

São inúmeros os trabalhos que comprovam a suficiente resistência à corrosão do aço inoxidável, porém o sucesso deste material quando alocado em meio altamente corrosivo depende intrinsecamente de sua resistência ao desgaste, portanto, os efeitos relacionados à micro movimentações do implante devido aos esforços e vibrações ocasionados pelo movimento do corpo devem ser levados em consideração durante a avaliação de um aço inoxidável para esta finalidade (ARAUJO & COUTO, 2019).

Os componentes de um material implantado são normalmente expostos a cargas e estresses mecânicos de contato resultantes do movimento diário onde o atrito entre os componentes resulta no desgaste protético e falha prematura do sistema. Esse desgaste dos componentes libera detritos (debris) que promovem na interface osso/implante uma resposta biológica resultando principalmente em osteólise periprotética e, ao longo do tempo, soltura asséptica, sendo imprescindível a revisão do procedimento de artroplastia. O quadro de osteólise protética ocorre em resposta aos debris liberados pelos componentes da prótese, independente das características corrosivas dos mesmos, porém, em sistemas protéticos metálicos, pode se agravar incitando uma reação entre os íons do metal e o fluído corpóreo promovendo uma infecção conhecida como metalose. Sabe-se que superfícies rugosas otimizam o processo de aposição celular em casos onde será necessário osseointegração do sistema implantado, porém um material rugoso pode apresentar uma maior taxa de desgaste inicial, promovida pela quebra dos picos de rugosidade. O ideal é determinar os parâmetros ótimos de rugosidade em superfícies nitretadas a fim de contribuir em tratamentos e pesquisas futuras relacionadas à aplicação de aços inoxidáveis aplicados como biomateriais (ATHAYDE, 2015; GOMES, 2010; FARIA, 2010).

A nitretação a plasma é uma técnica de tratamento superficial que tem como objetivo melhorar as características tribológicas do material. Obtendo resultados como maior dureza, melhor resistência ao desgaste e melhor resistência à corrosão. Esse processo consiste na modificação da camada superficial do material, formando nele diferentes fases contendo ferro e nitrogênio e têm sido amplamente estudada como tratamento chave no aumento das propriedades mecânicas de materiais metálicos implantados (SILVA *et. al.*, 2012).

Visto a importância da resistência ao desgaste e do acabamento superficial para aperfeiçoar a osseointegração do material implantado ao corpo, o presente

estudo tem como objetivo avaliar como a rugosidade pode influenciar a resistência ao desgaste em aços inoxidáveis 304 e 316L, contanto com o tratamento de nitretação a plasma a fim de garantir as boas propriedades mecânicas e químicas do material aplicado em componentes implantáveis.

1.1 OBJETIVOS

Estudar a influência da rugosidade na resistência ao desgaste dos aços inoxidáveis 304 e 316L nitretados a plasma para aplicação biomédica.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 BIOMATERIAIS

Em uma abordagem generalizada um biomaterial pode ser definido como qualquer material usado na fabricação de dispositivos para substituir uma parte ou função do corpo de forma segura, confiável, econômica e fisiologicamente aceitável, ou seja, é um material de origem natural (orgânica) ou artificial (sintética) capaz de se adaptar e substituir estruturas funcionais do corpo humano. Esses materiais são comumente utilizados na recuperação de tecidos lesionados ou para substituição de partes danificadas nos ossos, junta, arcade dentaria entre outros (TALHA *et. al.*, 2013; PARK e LAKES, 2007).

Os primeiros indícios do uso de materiais alternativos para recuperar partes ou funções danificadas corpo humano foram observados a cerca de 4000 anos em diferentes civilizações. Dados históricos trazem que o ouro foi utilizado no tratamento dentário por romanos, astecas e chineses, mas somente em meados do século XX os biomaterias passaram a ser estudados como medida paliativa no tratamento de condições clínicas graves relacionadas a acidentes ou recuperação de estruturas ósseas e tecidos após desastres ocorridos, principalmente durante a segunda guerra mundial (LYMAN e SEARE, 1974; RATNER *et. al.*, 2004).

A evolução das pesquisas na área médica e a aplicação dos conhecimentos técnicos de engenharia possibilitaram um aprimoramento significativo na qualidade e expectativa de vida, através do estudo de uma adequada seleção de materiais e designs de implantes que inseridos no corpo humano se adaptam ao sistema biológico e, apesar de algumas limitações, garantem melhores condições de vida ao usuário (WILLIANS, 1978; MONTEIRO e RONÁN, 2004).

Dos fatores importantes que devem ser observados para o sucesso da aplicação de um implante fabricado a partir de um biomaterial é o grau de adaptação aos tecidos do corpo humano sem causar danos, a interação entre o meio biológico e as propriedades de cada material pode ocorrer de tal forma que a coexistência pode ser comprometida e tornar-se inviável. Materiais que possuem melhores desempenhos biológicos, ou seja, possuem menores reações químicas, são definidos como biocompatíveis (WILLIANS, 2008).

Os materiais utilizados para construir a maioria das estruturas são divididos em três classes: metais, cerâmicas e polímeros. Para a maioria das aplicações

biomédicas duas propriedades dos materiais devem ser observadas com maior ênfase: a resistência mecânica e sua reatividade química. O estudo estrutural e o comportamento em contato aos fluidos produzidos pelo corpo humano tornam-se o foco para caracterizar e providenciar melhorias a um biomaterial (RATNER *et al*, 2004).

Materiais metálicos são os mais utilizados como biomateriais, pois em comparação aos materiais cerâmicos e poliméricos são os que oferecem maior resistência à tração, resistência à fadiga e maior tenacidade. Embora possuam excelentes propriedades mecânicas, são suscetíveis à degradação química e eletroquímica (corrosão), gerando resíduos particulados que podem comprometer o ambiente que foi aplicado. Os aços inoxidáveis austeníticos têm sido amplamente utilizados como biomateriais devido ao seu baixo custo em comparação com outros materiais metálicos, boas propriedades mecânicas, considerável resistência à corrosão, fácil processamento e biocompatibilidade adequada (TALHA *et al.*, 2013).

A demanda de biomateriais cresce de 5 a 15% ao ano. Estima-se que sejam realizados 2 a 3 milhões de implantes por ano, apenas nos Estados Unidos; dentre os quais, 1,5 milhões se referem à colocação de pinos, placas e parafusos de fixação de fraturas e 500.000 de substituição de articulações de quadril e de joelho. Atualmente existem mais de 50 tipos de implantes utilizando mais de 40 materiais diferentes (ORÉFICE *et al.*, 2006). De acordo com a Global Health Intelligence (GHI) o mercado brasileiro de biomateriais registrará uma taxa de crescimento anual composta (CAGR) de 18,3% até 2022, alcançando a margem de US\$ 5,1 bilhões de investimento (CORPART, 2018).

2.2 AÇOS INOXIDÁVEIS

Segundo a Associação Brasileira de Aço Inox, os aços inoxidáveis austeníticos são os materiais mais usados na fabricação de implantes ortopédicos temporários e permanentes, tais como pinos, juntas, placas de fixação, parafusos e hastes intramedulares para correção de ossaturas fraturadas. No Brasil, a excelente relação custo/benefício do inox, quando comparado a outros materiais como as ligas de titânio e cobalto, faz com que as produtoras optem por este material na confecção de peças com diversas formas e dimensões como rótulas femorais, juntas de joelho, cotovelo ou quadril e fios de fixação (ABINOX, 2015).

Nos dispositivos biomédicos são desejáveis baixos níveis de carbono, pois possui melhor resistência à corrosão em meios salinos, ricos em cloretos, como é o caso dos fluidos corpóreos. Os aços austeníticos 304 e 316L possuem o máximo de 0,03% de carbono, além do baixo teor de carbono, estes tipos de aços são compostos por cromo (16 a 18%), níquel (12 a 15%) e molibdênio (2 a 3%). O níquel é adicionado com a finalidade de estabilizar a estrutura austenítica do ferro e melhorar a resistência à corrosão. A adição de molibdênio em concentrações acima de 2% torna a camada de passivação mais resistente a meios corrosivos (PIRES *et. al.*, 2015).

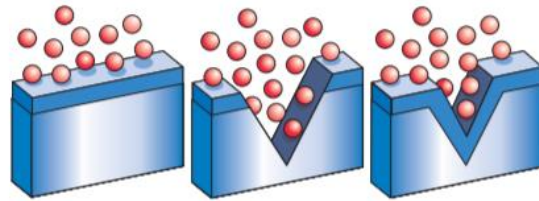
Na década de 70, o ortopedista britânico Sir John Charnley revolucionou o procedimento ortopédico de Artroplastia Total de Quadril fazendo uso de dispositivos implantados fabricados de aço AISI 316L (CHEN e THOUAS, 2015).

Atualmente, os aços inoxidáveis 316L são amplamente utilizados em uma variedade de dispositivos de implantes devido à redução de custos. Esse status provavelmente continuará por um longo período, considerando que hastes feitas de aço inoxidável ocupam cerca de 70% do mercado para substituições totais do quadril no Brasil e em alguns países da Europa (CHEN e THOUAS, 2015).

Os aços inoxidáveis são ligas que tem como composição principal ferro (Fe), Carbono (C) e Cromo (Cr). O cromo é o elemento mais significativo tendo 10,5% dessa composição e dando a característica de elevada resistência à corrosão aos aços inoxidáveis. Devido à presença do cromo nas ligas inoxidáveis pode-se observar a ocorrência de um fenômeno chamado passividade, este fenômeno se dá pela formação de filmes passivos formados a partir da reação entre metal base e água, conferindo certa resistência à corrosão (ROLAND T, 2016; KORUDA et al, 2002).

A camada de filme passivo tem como principais características a alta aderência ao metal e alta capacidade de regeneração devido à reação entre o cromo e o oxigênio da superfície, podendo ser reconstituído após ser danificado e exposto à atmosfera. A Figura 1 ilustra a capacidade de reconstituição da camada passiva, sendo relatado na primeira imagem um meio oxidante normal (esferas vermelhas) e a camada passiva sobre o metal (faixa azul), na segunda imagem têm-se um exemplo onde o material é danificado perdendo parte da camada passiva e pequena parte do substrato e na terceira imagem o filme passivo é reestabelecido devido à reação da do oxigênio circulante e o cromo do aço inoxidável (EUROINOX, 2007).

Figura 1 - Representação esquemática da recomposição do filme passivo



Fonte: EUROINOX (2007)

Os elementos de liga afetam diretamente as propriedades dos aços inoxidáveis, assim como o cromo, o níquel e o molibdênio também podem ser associados à resistência à corrosão. A presença de níquel é responsável pelo aumento na resistência e ductilidade e pela estabilização da austenita. As melhoras na resistência à corrosão localizada e na resistência mecânica em elevadas temperaturas podem ser atribuídas à presença de molibdênio na liga. Outros elementos como nitrogênio e manganês, que ajudam a formar a fase austenítica, enxofre e selênio que atuam melhorando a usinabilidade, titânio e nióbio que agem contra a corrosão intergranular, podem ser citados como elementos de liga (VILLAMIL, et al. 2001; LOTHONGKUM, 2006).

Os aços inoxidáveis podem ser caracterizados conforme a sua microestrutura, dando um claro destaque em relação a suas propriedades e composições. A Outokumpu High Performance Stainless Steel divide os aços inoxidáveis em quatro grandes grupos, ferríticos, martensíticos, duplex (ferrítico-austenítico) e austeníticos.

Os aços austeníticos são ligas de aço carbono ferrosas que possuem estrutura cristalina cúbica de faces centradas e são obtidos pelo processo de austenitização onde a liga é aquecida acima da sua temperatura crítica superior até a região do diagrama de fases da austenita (CALLISTER, Jr., 2002). Os aços ferríticos possuem estrutura cristalina formada por átomos de ferro com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado. Seu teor de cromo é geralmente superior ao presente em aços martensíticos o que confere uma resistência à corrosão mais elevada em certos ambientes, porém são ferromagnéticos e possuem resistência à corrosão, e conformabilidade inferiores aos aços austeníticos (CUNTO, 2005). Aços que possuem duas fases distintas em composições semelhantes são classificados com aços duplex. A composição predominante em aços inoxidáveis duplex é austenita mais ferrita, conferindo ao aço propriedades dessas duas classes (CHARLES, 2008).

Para utilização de aços inoxidáveis como implantes, diversos fatores devem ser levados em consideração, como compatibilidade com os tecidos e fluídos do corpo humano, campos magnéticos e eletromagnéticos e efeitos de radiação. As principais características dos aços inoxidáveis para este uso são boa resistência a corrosividade, boa resistência mecânica, baixa porcentagem de impurezas e baixa permeabilidade magnética. Devido a estas características os aços austeníticos com baixo teor de carbono são os mais adequados para utilização como biomateriais (GAM, 2011).

2.2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

Os aços inoxidáveis austeníticos do tipo 304 e 304L são aços cromo-níquel não magnéticos e não temperáveis com baixo teor de carbono, o pouco carbono corrobora para que não ocorra precipitação de carbonetos de cromo nos contornos de grão. A resistência à oxidação pode ser observada em temperaturas de até 800 °C e a resistência à corrosão Inter cristalina até 300 °C. A Tabela 1 mostra a composição química dos aços 304 e 304L (SCULLY, 1975; GEMELLI, 2001).

Tabela 1 - Composição química dos aços inox AISI304 e AISI304L

	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	N
ABNT/SAE/AISI	máx.	máx.	máx.	máx.	máx.			máx.
304	0,08	2,00	0,045	0,030	0,75	8,00- 10,50	18,00- 20,00	0,10
304L	0,03	2,00	0,045	0,030	0,75	8,00- 10,50	18,00- 20,00	0,10

Fonte: FAVORITE Aços Especiais (2017)

Segundo Paul et al. (2013), o aço inoxidável 304 possui elevada resistência à corrosão devido à presença da camada passiva e é mais barato em relação ao 316 L e outros metais utilizados como biomateriais. Os autores esclarecem que para utilizar o aço tipo 304 como implante, sua resistência à corrosão deve ser aumentada através de tratamentos superficiais e que estudos mais profundos devem ser feitos para uma futura substituição do aço tipo 316L.

A Figura 2 mostra uma prótese de malha de arame mandibular. Pinos de retenção para amálgama dentária e parafusos para fixação óssea também podem ser confeccionados com aço AISI 304 (DAVIES, 2003).

Figura 2 - Prótese de malha mandibular



Fonte: SECOAM (2017)

Os aços inoxidáveis austeníticos do tipo 316 e 316L são aços cromo-níquel-molibdênio, possuem configuração semelhante aos aços 304 e 304 L, porém a adição de molibdênio confere à liga uma maior resistência mecânica e maior resistência à corrosividade. A sua resistência à oxidação vai até 875 °C e a resistência à corrosão intergranular até 300 °C. A Tabela 2 mostra a composição química dos aços 316 e 316L (SCULLY, 1975; GEMELLI, 2001).

Tabela 2 - Composição química dos aços inox AISI316 e AISI316L

ABNT/SAE/AISI	C máx.	Mn máx.	P máx.	S máx.	Si máx.	Ni	Cr	Mo
316	0,08	2,00	0,045	0,030	0,75	10,00- 14,00	16,00- 20,00	2,00- 3,00
316L	0,03	2,00	0,045	0,030	0,75	10,00- 14,00	16,00- 20,00	2,00- 3,00

Fonte: FAVORITE: Aços Especiais (2017)

Segundo dados da ABINOX, a cada ano na Grã-Bretanha cerca de 85.000 operações são realizadas para inserir um dispositivo tubular metálica chamada stent. Um stent é um tubo expansível usado para aliviar doenças vasculares, expandindo artérias estreitadas ou bloqueadas. A condição do stent é vital no sector médico, porque ele pode ser inserido na artéria para restaurar a circulação sanguínea. O material mais utilizado para os stents é o aço inoxidável 316L

O aço inox 316L é um biomaterial comumente utilizado para confecção de próteses para reposição de ossos, visto que comparado com ligas de titânio, possui uma melhor relação entre resistência e custo. Para utilização em implantes permanentes, o aço inoxidável 316L não é muito eficiente devido a sua baixa interação com o tecido ósseo, não formando ligações químicas. Estudos efetuados nos últimos anos mostram que ao introduzir uma superfície porosa em implantes de aço inox 316L, ocorre um fenômeno chamado fixação biológica, forte ligação que suporta estados

complexos de carga, fazendo com que exista uma ancoragem mecânica entre o tecido e o implante (AFONSO, 1998; OLIVEIRA, 2008; BOSCHI, 1996).

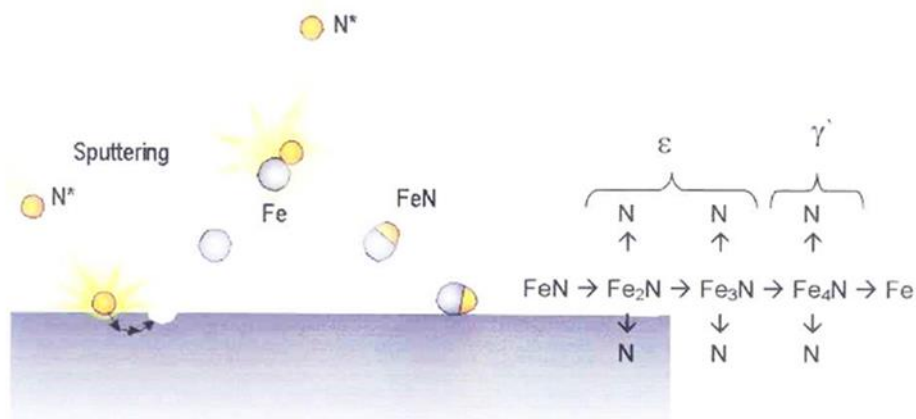
Outras aplicações do aço inoxidável tipo 316L são para confecção de pinos e parafusos para diversos ossos do corpo humano, pinos de união de ossos intramedulares, caixa de marca-passo para batimento cardíaco e placas para prática da técnica de próteses onlay (DAVIES, 2003).

2.3 TRATAMENTOS SUPERFICIAIS DE NITRETAÇÃO A PLASMA

Muitas técnicas de modificações superficiais vêm sendo desenvolvidas com o objetivo de melhorar as características tribológicas dos materiais. Entre as técnicas mais utilizadas destaca-se a nitretação a plasma que produz amostras de aço inoxidável com maior dureza, melhor resistência ao desgaste e com significativa resistência à corrosão, além de ser considerada uma técnica de baixo custo. O processo de nitretação a plasma consiste na modificação da camada superficial do material, no caso em estudo, o aço inoxidável, formando nele diferentes fases contendo ferro e nitrogênio (SILVA *et. al.*, 2012).

O “sputtering” ou pulverização catódica é resultado da ejeção de átomos da amostra devido ao bombardeamento de íons de alta energia na superfície catódica. Para que esse fenômeno ocorra é necessário, entretanto, que a energia das partículas bombardeadas seja maior ou igual à energia de ligação dos átomos da amostra bombardeada (BALLES, 2004; CAMPOS, 2008; ALVES, 2000).

Figura 3 - Formação de nitretos FeN na superfície da amostra durante a nitretação a plasma



Fonte: Balles (2004)

Para a nitretação por plasma de aços inoxidáveis o “sputtering” é de grande importância, pois pode remover a camada passiva superficial de óxido de cromo facilitando a difusão do nitrogênio e auxilia a formação de um filme uniforme durante os processos de nitretação a plasma, na Figura 3 observa-se de maneira esquematizada esse processo. Os átomos de ferro são arrancados da superfície e podem combinar-se aos átomos de nitrogênio, na região adjacente a amostra, produzindo nitretos de ferro instáveis (FeN) (ALVES, 2000; SPHAIR, 2017).

As principais características observadas na técnica de nitretação a plasma são o aumento da resistência ao desgaste, à corrosão e à fadiga do material tratado. É um tratamento que resulta em baixas deformações e distorções, além de não utilizar substâncias químicas tóxicas ou contaminantes (KORUDA, et al., 2002; ALVES JUNIOR, et al., 2001).

Os reatores para tratamentos termoquímicos assistidos por plasma podem ser do tipo parede fria ou do tipo parede quente. Nos reatores de parede fria o aquecimento da peça é feito apenas por plasma, onde é necessário aplicar mais potência do que o necessário já que o reator não tem capacidade de separar a potência utilizada para aquecimento da potência ideal para a ocorrência das reações. Isso pode aumentar os efeitos de bordas e catodo oco. Nos reatores de parede quente, possuem resistências específicas para o aquecimento da peça e controle mais preciso da temperatura de processo. Com a resistência tendo a função de aquecimento, o plasma fica encarregado de desencadear as reações químicas, podendo agora ser controlado com maior precisão, diminuindo ou evitando os efeitos de borda e de catodo oco (PLASMAR, 2010).

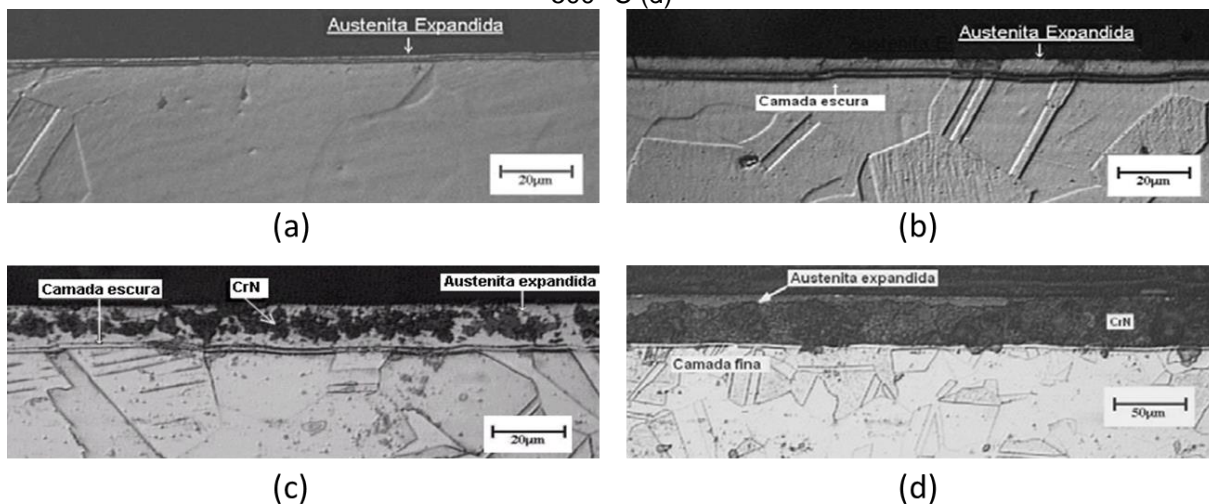
2.4 PARAMETROS DE NITRETAÇÃO A PLASMA DE AÇOS INOXIDÁVEIS E FORMAÇÃO DA AUSTENITA EXPANDIDA

Os tratamentos a plasma são amplamente utilizados para melhorar as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis. O objetivo da nitretação a plasma nestes aços é obter a formação de camadas supersaturadas em nitrogênio, denominadas austenita expandida ou fase S (CASTELETTI *et. al.*; 2010). Essa camada metaestável é resultante da difusão de átomos de nitrogênio para o reticulado cristalino da austenita como átomos intersticiais, o que causa expansão da rede e dá nome à fase (SPHAIR, 2017).

A fase S, formada a baixas temperaturas de nitretação, pode elevar significativamente a dureza dos aços inoxidáveis, melhorar a resistência ao desgaste e a corrosão. No entanto, tratamentos a elevadas temperaturas, acima de 400 °C, a formação da fase S pode ser comprometida devido à precipitação do nitreto de cromo (CrN), reduzindo portanto, a resistência à corrosão do aço (CASTELETTI et al; 2010).

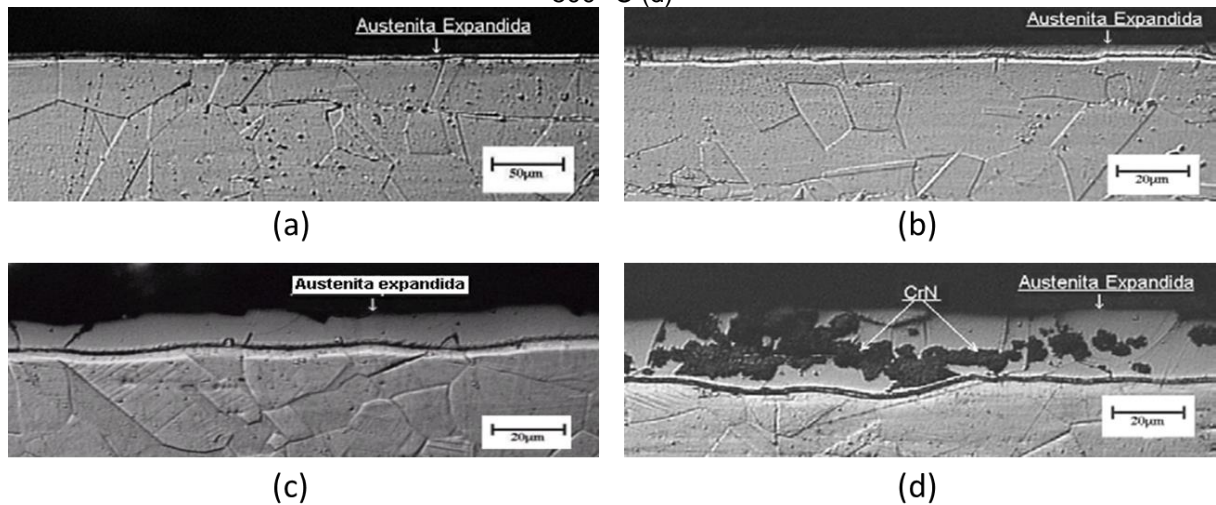
O principal desafio observado durante a nitretação de aço inoxidável é a produção de uma estrutura austenítica supersaturada sem formação de nitretos de cromo que possam vir a deteriorar a resistência à corrosão do material. Portanto utilizam-se baixas temperaturas de nitretação a fim de não comprometer o desempenho à corrosão, porém baixas temperaturas de nitretação afetam a difusão do nitrogênio, e para alcançar grandes profundidades de endurecimento deve-se considerar maior tempo de tratamento. Para que a precipitação de nitretos de cromo seja controlada, deve-se trabalhar uma combinação ótima entre tempo e temperatura de tratamento (OLIVEIRA JUNIOR, 2011).

Figura 4 - Micrografias obtidas por microscopia óptica das seções transversais dos aços inoxidáveis AISI 304L nitretados durante três horas às temperaturas de 350 °C (a), 400 °C (b), 450 °C (c) e 500 °C (d)



Fonte: Gontijo et. al.(2007)

Figura 5 - Micrografias obtidas por microscopia óptica das seções transversais dos aços inoxidáveis AISI 316L nitretados durante três horas às temperaturas de 350 °C (a), 400 °C (b), 450 °C (c) e 500 °C (d)



Fonte: Gontijo *et. al.*(2007)

Gontijo *et. al.* (2007) realizaram um estudo comparativo das propriedades superficiais dos aços AISI 304L e AISI 316L. As amostras de ambos os aços foram nitretadas a plasma a uma mistura gasosa de 80% vol. H₂ e 20% vol. N₂ sob pressão de 500 Pa, frequência de 9 kHz, nas temperaturas de 350, 400, 450 e 500 °C durante três horas. Dos resultados obtidos por Gontijo *et. al.* (2007), destaca-se na Figura 4 e na Figura 5 as microscopias óticas das seções transversais das amostras nitretadas em diferentes temperaturas dos aços inoxidáveis AISI 304L e AISI 316L. Observa-se que a 350 °C e a 400 °C os dois aços apresentaram a formação da camada de austenita expandida (fase S) e nas temperaturas mais elevadas de 450 °C e de 500 °C ocorreu a precipitação no nitreto de cromo (CrN), que possui ação redutora a resistência a corrosão do aço. Os autores submeteram as amostras a ensaio de corrosão eletroquímica, em solução de 3,5% de NaCl, e comprovaram que a nitretação a baixas temperaturas foi capaz de elevar resistência à corrosão por pite dos dois aços, entretanto, nas amostras nitretadas a temperaturas mais elevadas os autores confirmaram a redução da resistência à corrosão devido à presença do nitreto de cromo nas amostras.

Hamdy *et. al.* (2011), Li e Bell (2004) também estudaram o efeito da variação da temperatura nos aços inoxidáveis AISI 316L nitretados a plasma. Hamdy *et. al.* (2011) submeteram as amostras de aço AISI 316L durante três horas de tratamento a plasma, usando gás nitrogênio ultrapuro (N₂), dos principais resultados obtidos, os

autores observaram que as peças tratadas a 450 °C obtiveram uma formação homogênea da fase S, elevando a dureza e a resistência à corrosão das amostras e, como esperado, as amostras tratadas a 600 °C apresentaram precipitação do nitreto de cromo (CrN) prejudicando as propriedades mecânicas da camada nitretada.

Li e Bell (2004) fizeram o tratamento a plasma de suas amostras de aço AISI 316L variando a temperatura entre 400°C e 500°C, utilizaram uma mistura gasosa de 25%N₂+75%H₂ pressão de 500Pa e ao contrário de Hamdy *et.al.* (2011), aumentaram o tempo de nitretação de três horas para vinte horas de tratamento. Os resultados observados por Li e Bell (2004) foram similares aos que já se concluíam na literatura, submeter às amostras a temperaturas acima de 450 °C promovem a precipitação dos nitretos cromo, fenômeno que se deseja ser evitado quando o objetivo do tratamento é obter a fase S e potencializar a resistência à corrosão. O trabalho de Li e Bell (2004) fez-se questionar a influência do tempo de tratamento nas propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis, uma pesquisa comparando essa influência foi publicada por Souza *et. al.* (2009) estudaram o efeito do tempo de nitretação a respeito das fases formadas na camada nitretada nos aços inoxidáveis AISI 304L e AISI 316L. As amostras foram nitretadas a cerca de 400 °C, usando uma mistura de 60%N₂ e 40%H₂, por 5, 7 e 9 horas. Os autores observaram a formação de nitretos de cromo nas amostras do aço AISI 304L nitretadas acima de 5 horas, enquanto que as amostras do aço AISI 316L apresentaram apenas fase S na camada nitretada. Wang *et. al.* (2009) também avaliaram o efeito dos parâmetros da nitretação a plasma nas propriedades do aço AISI 304L. Os autores usaram uma atmosfera com 20% de N₂ e 80% de H₂, pressão a cerca de 4,5 Torr, baixa temperatura variando entre 350 °C a 480 °C e com variação do tempo de tratamento sendo entre quatro e oito horas. Os autores concluíram que uma fase de austenita expandida (fase S) foi formada na superfície do aço nas temperaturas entre 350 e 400 °C. O aumento do tempo de quatro para oito horas foi capaz de promover a precipitação do nitreto de cromo no aço AISI 304L, prejudicando, portanto, as propriedades anticorrosivas do material. Os autores ainda concluíram que um tratamento de nitretação a plasma durante quatro horas é suficiente para a otimização das propriedades mecânicas do aço.

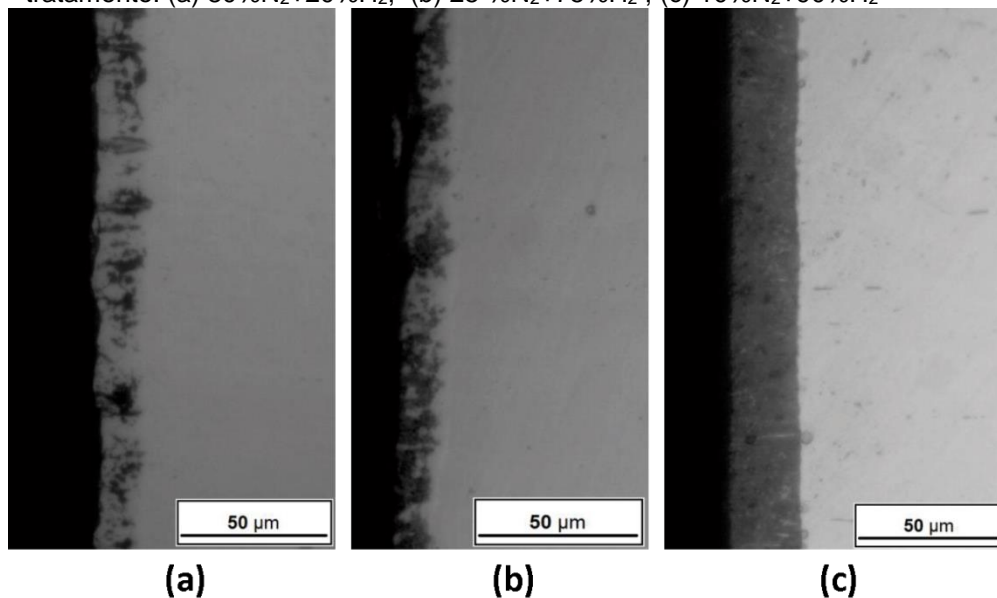
Também se deve levar em consideração a composição da mistura gasosa utilizada durante o tratamento a plasma, pois pode influenciar diretamente a formação da fase S. A composição da mistura gasosa adotada para o tratamento também tem influência sobre a formação da camada. O excesso de nitrogênio molecular na mistura

gasosa do tratamento junto aos altos teores de nitrogênio na austenita expandida pode levar à formação de trincas na camada, causadas devido ao aumento das tensões internas no material, essas trincas prejudicam a resistência à corrosão do aço por expor material sem tratamento ao meio corrosivo (SPHAIR, 2017; SOUZA, 2013; BARANOWSKA, 2006).

De las Heras *et. al.* (2017) estudaram a influência dos gases na microestrutura e na resistência a corrosão de amostras de aço AISI 316L. As amostras foram lixadas até uma granulometria de 600 mesh e tratadas a plasma durante três horas variando a mistura gasosa entre 20% N₂ + 80% H₂ e 25% N₂ + 75% H₂. Neste estudo constatou-se que o aumento no teor de nitrogênio favoreceu a precipitação de nitretos de cromo (CrN) enquanto as amostras tratadas 20% N₂ + 80% H₂ apresentaram apenas formação de Fe₄N.

Recco *et. al.* (2017) estudaram a influência da atmosfera de tratamento na microestrutura da camada. Os autores utilizaram amostras de aço inoxidável AISI 304 com 25,4mm de diâmetro e 10 mm de espessura com acabamento polido. Os parâmetros de tratamento de nitretação a plasma utilizados foram pressão de 5,0 Torr, temperatura de 400°C, tempo de quatro horas e atmosferas para comparação de 80% de N₂ + 20% de H₂; 25% de N₂ + 75% de H₂ e 10% de N₂ + 90% de H₂. Segundo os autores o tratamento com atmosfera de 10% de nitrogênio e 90 % de hidrogênio, Figura 6 (c), apresentou uma camada completamente escura, o que sugere a ausência da austenita expandida e a precipitação de nitretos de cromo (CrN). Nas amostras na condição de tratamento 25% de N₂ + 75% de H₂, Figura 6 (b), os autores observaram falta de uniformidade na camada nitretada, presença de nitretos de cromo e ferro alfa. A proporção de atmosfera de 80% de N₂ + 20% de H₂, Figura 6 (a), apresentou a melhor formação de austenita expandida. Todas as amostras apresentaram precipitação do nitreto de cromo, incomum a baixas temperaturas, os autores justificaram esse fato devido a maior temperatura na superfície da amostra em relação à posição do termopar. Por fim os autores concluíram que atmosferas com maior concentração de nitrogênio são mais favoráveis à formação da fase S.

Figura 6 - Micrografia das amostras de aço inoxidável AISI 304 para diferentes atmosferas de tratamento: (a) 80%N₂+20%H₂; (b) 25 %N₂+75%H₂; (c) 10%N₂+90%H₂



Fonte: Recco *et. al.*(2017)

2.5 DESGASTE

O desgaste ocorre quando há perda de material entre duas superfícies em movimento relativo, ou seja, é o resultado entre o contato tribológico que ocorre entre dois corpos sofrendo atrito. O desgaste pode ser medido em termos de: comprimento, que é a mudança unidimensional de geometria na interface dos triboelementos na área de contato em comum; pela área, que é uma mudança bidimensional da seção transversal de interação dos triboelementos em sua área de contato; pelo volume, que é a mudança tridimensional da região de interação dos triboelementos e a maneira como o material é removido da superfície, que pode ser descrita por diversos mecanismos de desgaste, tais como adesivo, abrasivo, por fadiga ou químico (SANTOS, 2006).

O desgaste abrasivo ocorre quando a superfície de um material mais duro desliza sobre a superfície de um material macio deformando sua superfície devido uma perda de estrutura. O desgaste adesivo ocorre quando a fricção de duas superfícies em movimento causa uma soldagem a frio local deslocando pequenas estruturas, podendo ocorrer ausência de matéria dura ou meio reativo na superfície. O desgaste por fadiga ocorre com o aparecimento de rachaduras na superfície, gerando a separação da partícula pela superfície. Por fim, têm-se o desgaste

triboquímico que associa os fenômenos químicos e mecânicos, causando perda de material (GALO, 2008).

Uma característica importante dos biomateriais metálicos é a resistência ao desgaste e sua interação com o tecido ósseo adjacente. Um desgaste acentuado pode ocasionar na liberação de íons metálicos por dissolução ou corrosão, desta forma sua superfície deve sofrer modificações capaz de otimizar a superfície do metal e evitar a degradação do mesmo (OLIVEIRA *et. al.*, 2010).

De acordo com Barcelos (2016) em uma cirurgia de artroplastia o inadequado posicionamento dos componentes pode provocar sobrecargas localizadas gerando um desgaste acelerado do componente implantado. Saber como ocorre o desgaste e as propriedades envolvidas no processo de biomateriais utilizados em implantes é de suma importância para o sucesso dos mesmos (ATHAYDE, 2015).

2.6 MICROABRASÃO

Os ensaios com biomateriais em tribômetros são realizados para análise do comportamento desses pares tribológicos antes do material ser submetidos aos testes em seu formato final. O desgaste é o principal problema de falhas em implantes, por isso, é necessário direcionar pesquisas para estudo tribológico dos materiais biocompatíveis existentes (GALO, 2008).

A presença de partículas duras entre duas superfícies em movimento relativo, ou protuberâncias rígidas entre duas superfícies em movimento relativo, causam um deslocamento de material chamado desgaste abrasivo. O desgaste abrasivo pode ser classificado como abrasão a dois ou três corpos, na primeira as partículas movem-se livremente sobre a superfície do material e na segunda essas partículas atuam entre duas superfícies. O desgaste por riscamento, ou ranhuramento, é observado quando no deslizamento entre dois corpos, ocorre a penetração de partículas duras de um dos materiais na superfície mais mole do outro material (GAHR, 1987).

Outros mecanismos de desgaste observados na norma ASTM-G40 são o de desgaste por oxidação, onde com o deslizamento, altos picos de temperatura localizados causam formações de fragmentos de desgaste formados por óxidos; desgaste por fadiga, causado por lascamentos provenientes de trincas no material; desgaste por adesão, onde ocorrem forças de atrações vindo das asperezas contidas na superfície (GAHR, 1987; SUH, 1977).

O desgaste por tribocorrosão pode ocorrer de forma comum em biomateriais implantados devido à deterioração do material causada pela atuação simultânea da corrosão e desgaste. Na área de bioengenharia é comum utilizar o termo biotribocorrosão no caso de materiais implantados, ou seja, que estão em contato direto com o meio biológico (ATHAYDE, 2015).

Vários fatores podem influenciar no processo de tribocorrosão, tais como (SANTOS,2006):

- Operacionais: força normal, velocidade, movimento, forma e tamanho das partículas;
- Material de contato (pino e amostra): Dureza, plasticidade, microestrutura, inclusões, propriedades do filme, transferência de material e particulado gerado pelo desgaste;
- Solução de ataque: viscosidade, pH, temperatura, condutividade e ação corrosiva;
- Eletroquímicos: potencial aplicado, resistência ôhmica, cinética, crescimento do filme, dissolução ativa e valência.

Castilhos (2013) estudou o desgaste abrasivo do aço inoxidável AISI 316L austenítico sinterizado nitretado com e sem adição de ítria. As amostras foram nitretadas a 450 °C durante 2, 4, 6 e 10 horas em uma mistura gasosa de 3 N₂ para 1 H₂ e foram sujeitas a um ensaio de desgaste por esfera rotativa com solução de diamante 1%. Os tempos de ensaio foram de 60 a 240 segundos. As amostras que foram nitretadas durante 2 e 4 horas apresentaram o menor coeficiente de desgaste, esse coeficiente foi também, menor do que os das amostras não nitretadas. O coeficiente foi muito maior para as amostras que sofreram 10 horas de nitretação.

Reis *et. al.* (2019), utilizou o ensaio de esfera rotativa para analisar o desgaste microabrasivo de corpos de prova de aço ISO 5832-1, similar ao AISI 316L, nitretados a 400 °C com e sem tratamento SHTPN (tratamento de solubilização após nitretação a plasma). Com o ensaio de esfera rotativa foi possível estimar qual seria o comportamento do material ao desgaste abrasivo em condições reais, através da análise das calotas esféricas geradas. Foram feitas 5 calotas em cada amostra com tempos de 660, 720, 780, 840 e 900 s, o abrasivo utilizado foi alumina para polimento de 1 µm. Concluiu-se que para a solitação utilizada à camada nitretada obtida,

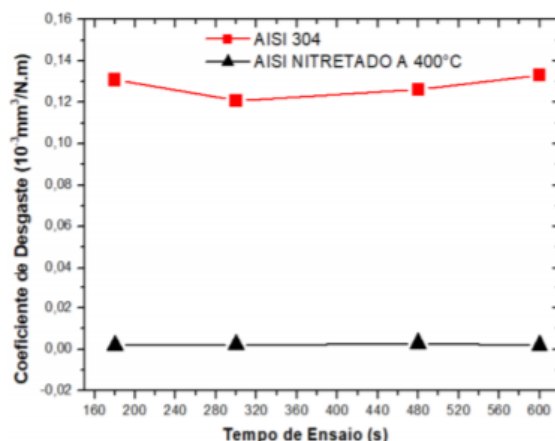
apesar da alta dureza, é rapidamente consumida, porém, a perda de material é inferior às perdas das amostras em estado de fornecimento. Para as amostras tratadas com SHTPN, o coeficiente de desgaste foi menor do que as amostras em estado de fornecimento, mas superior às amostras apenas nitretadas, porém, ao final de um maior tempo de ensaio, apresentaram menor perda de material que as amostras apenas nitretadas.

Soares *et. al.* (2019) estudou o desgaste em aços inoxidáveis AISI 304 para uso em ambientes corrosivos. Com o intuito de aumentar as propriedades tribológicas do material, foi realizado o tratamento de nitretação a plasma com temperatura de 400°C por 6 horas, proporção de gases de 80% de H₂ e 20% de O₂, pressão de 16 Torr e tensão média de 506 Volts. Os ensaios microabrasivos foram do tipo esfera rotativa com tempos de 180, 300, 480 e 600 s e esfera com diâmetro de 25,4 mm a uma velocidade de 200 RPM com carga de 20 N. Observou-se que nas amostras de AISI 304 não nitretadas a calota de desgaste foi maior, tendo assim mais material arrancada do que as amostras nitretadas.

Nas amostras não nitretadas ocorreram desgastes do tipo rolamento e em alguns testes ocorreram desgastes por riscamento, devido ao desprendimento de partículas que impedem o contato da esfera com o material resultando no fenômeno de arrancamento. O tipo de desgaste ocorrido nas amostras nitretadas não foi determinado devido à alta dureza do material e à quebra da camada nitretada, o que dificultou a análise.

A Figura 7 mostra que o coeficiente de desgaste para as amostras não nitretadas foi muito superior ao das amostras nitretadas, o volume de material removido nas amostras não nitretadas foi superior ao volume removido das amostras nitretadas. Concluiu-se que o aumento da dureza pelo tratamento de nitretação aumentou a resistência ao desgaste do material.

Figura 7 - Coeficiente de desgaste em relação ao tempo de ensaio



Fonte: Soares (2019)

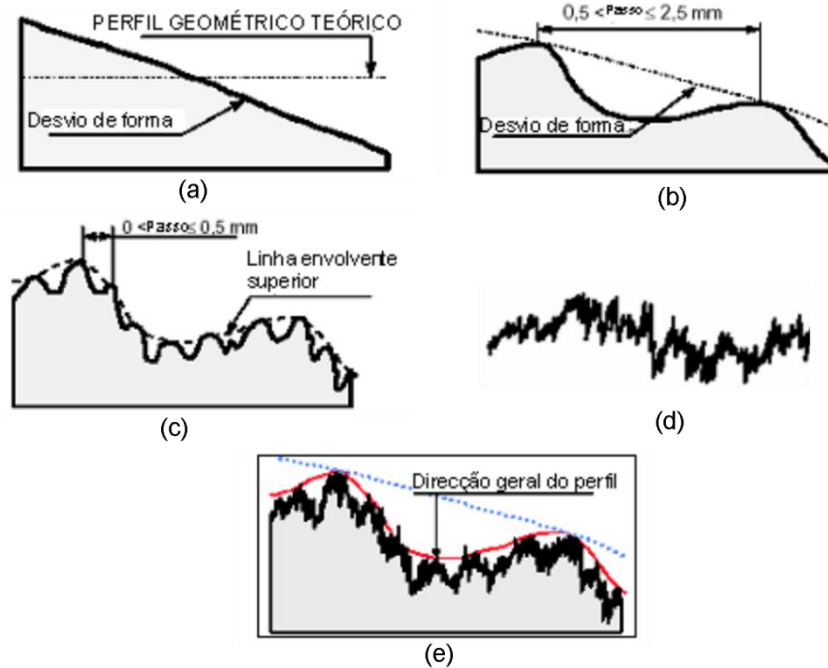
2.7 RUGOSIDADE

As superfícies são compostas por irregularidades que podem ser definidas como: desvios macrogeométricos (desvios de retitude, planeza, ondulação, etc.) e desvios microgeométricos (rugosidade). O acabamento superficial é resultante de desvios repetitivos ou aleatórios, em relação à superfície geométrica que formam a topografia tridimensional (TAVARES, 2012).

Segundo Tavares (2012): “O perfil de superfície apresenta uma sucessão de picos separados por vales (irregularidades geométricas do perfil). Estas irregularidades são quantificadas pela sua altura e pelo seu espaçamento.”.

Na Figura 8 (e) pode-se observar de forma esquematizada a tipologia dos desvios que caracterizam uma superfície. Esses desvios são formados por três tipologias básicas: forma, ondulação e rugosidade. A forma, Figura 8 (a), é a componente mais grosseira, mais fácil de observar, em geral, se origina de tensões residuais e de deformações de origens térmicas geradas a partir do processo de fabricação ou produção. A ondulação, Figura 8 (b), pode ser definida como um conjunto de irregularidades causadas por vibrações, trepidações ou deflexões. A rugosidade, Figura 8 (c), pode ser definida como um conjunto de saliências (picos) e reentrâncias (vales) presentes de forma mais fina na superfície (JOSSO, 2002; XAVIER, 2011; TAVARES, 2012).

Figura 8 - Esquema gráfico da tipologia dos desvios presentes na superfície (irregularidades). Forma (desvio de retitude, planeza, circularidade, etc) (a), Ondulação (b), Rugosidade (c), arrancamento (d), perfil total (soma de todos os desvios) (e)



Fonte: Adaptado de Tavares (2012)

Segundo Tavares (2012), a rugosidade pode ter influência em funcionalidades, tais como:

- A qualidade do deslizamento (atritos seco e viscoso);
- A resistência à corrosão e ao desgaste;
- A materialização dos ajustamentos apertados;
- A resistência oferecida ao escoamento de fluidos e lubrificantes;
- A qualidade da aderência de revestimentos;
- A resistência à flexão e à fadiga;
- A condução térmica e elétrica;
- A vedação estática e dinâmica;
- A aparência (estética).

No caso de biomateriais implantados a rugosidade influencia diretamente no processo de adesão celular e osseointegração. Implantes com maior rugosidade de superficial apresentam melhor osseointegração do que implantes com baixa rugosidade, devido à melhor adsorção das proteínas (BRANDÃO, 2010).

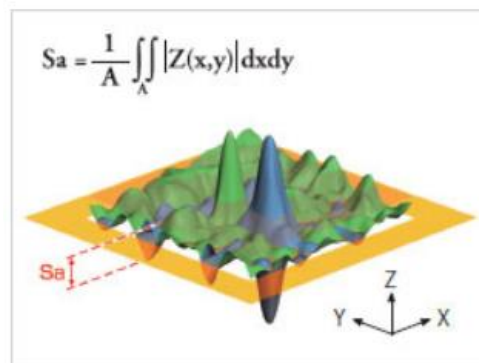
2.8 PERFILOMETRIA 3D

O perfilômetro 3D, ou rugosímetro, é um equipamento que fornece características topográficas das superfícies. A caracterização consiste na medição de um grande número de perfis, em áreas preestabelecidas gerando uma imagem em 3D, a partir da rugosidade do material, por meio de softwares específicos (XAVIER *et. al.*, 2012).

Deve-se considerar durante a caracterização superficial 3D a separação apropriada da ondulação e forma presentes no material e esta separação é realizada por meio de filtragem. Quando o perfil topográfico de uma superfície é filtrado obtêm-se dois novos perfis, o primeiro chamado de perfil de ondulação e o segundo de perfil de rugosidade (OLIVEIRA JUNIOR, 2011).

A avaliação da rugosidade é feita por parâmetros fornecidos pela técnica de perfilometria 3D. Dos parâmetros resultantes desta técnica os explorados pelo presente trabalho são o Sa, Sq, Sp, Sv, Sz, Ssk, Sku e Str.

Figura 9 - Exemplo de medida Sa para perfil 3D

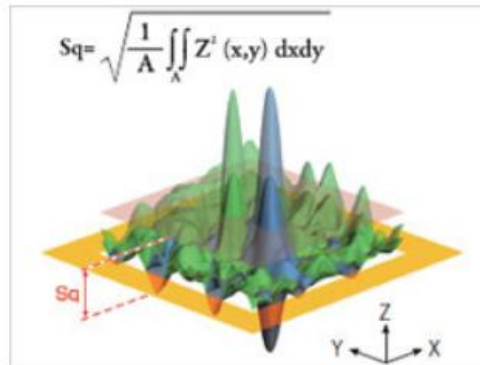


Fonte: OLYMPUS (2018)

O parâmetro Sa, Figura 9, pode ser definido como a média aritmética dos valores absolutos das distâncias acima e abaixo do plano médio da área da amostra, ou seja, mede a rugosidade média da amostra. Infelizmente não se pode depender apenas deste parâmetro para caracterizar a superfície do material, pois ele é capaz de diferenciar picos e vales, assim superfícies com o mesmo valor de Sa podem possuir perfis pontuais de rugosidade completamente diferentes (OLIVEIRA JUNIOR, 2011).

S_q , Figura 10, corresponde à raiz quadrada da média aritmética dos quadrados dos desvios do perfil em relação ao plano médio. É a medida dos desvios de amplitude de uma superfície do plano de mínimos quadrados, quando os vales se alteram para picos, de uma determinada área da amostra (OLIVEIRA JUNIOR, 2011).

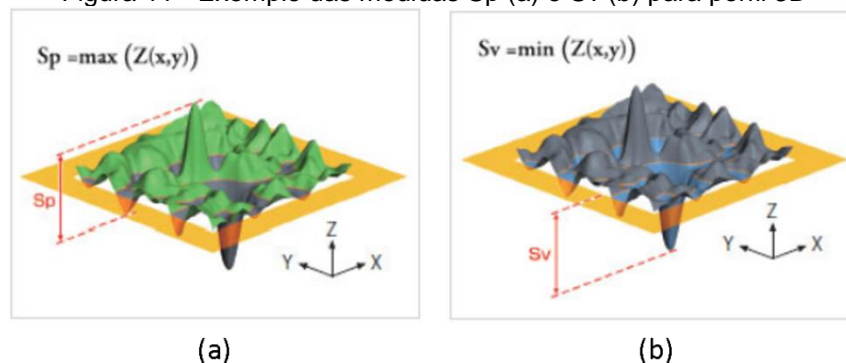
Figura 10 - Exemplo de medida S_q para perfil 3D



Fonte: OLYMPUS (2018)

O parâmetro S_p Figura 11 (a), é o responsável por definir a altura máxima do pico de uma determinada área amostrada, enquanto o parâmetro S_v , Figura 11 (b), retorna o valor máximo da profundidade de um vale. Esses valores são calculados a partir de um perfil filtrado de rugosidade (OLIVEIRA JUNIOR, 2011; OLYMPUS, 2018).

Figura 11 - Exemplo das medidas S_p (a) e S_v (b) para perfil 3D

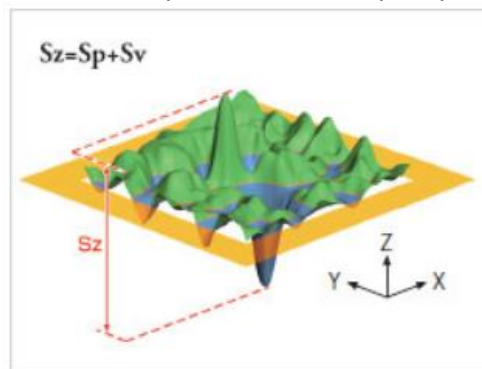


Fonte: OLYMPUS (2018)

O parâmetro S_z , Figura 12, é expresso pela soma do valor máximo da altura dos picos do parâmetro S_p e o valor máximo da profundidade dos vales do parâmetro S_v , ou seja, o S_z é calculado em base às máximas alturas (e não em média), sendo

assim ele é um parâmetro geralmente mais sensível a mudanças na superfície do que S_a (OLIVEIRA JUNIOR, 2011; OLYMPUS, 2018).

Figura 12 - Exemplo da medida S_z para perfil 3D



Fonte: OLYMPUS (2018)

2.9 RELAÇÃO ENTRE A RUGOSIDADE DOS IMPLANTES E A ADESÃO CELULAR

Existem várias características microestruturais, termoquímicas e tribológicas sumamente importantes para que ocorra uma gratificante recuperação celular em torno do implante, entre elas a topografia da superfície é reconhecida como fator capaz de alterar a resposta das células dos tecidos adjacentes modificando a migração, inserção, proliferação e síntese de colágeno no local, determinando assim o tipo de tecido que será obtido na interface osso-implante e sua integração (NAGEM FILHO *et. al.*, 2007).

Alguns estudos passaram a apontar fracassos significativos de implantes com superfícies lisas. Pesquisas realizadas em 1985 por Thomas & Cook em fêmures de cães revelaram que entre 12 parâmetros analisados, entre eles módulo elástico, textura e composição química, somente as características da superfície desempenharam um papel relevante na osseointegração dos implantes (NAGEM FILHO *et. al.*, 2007; AMARANTE e LIMA, 2001).

Em estudos realizados a respeito da topografia superficial do implante, destacou-se que a deposição celular ocorre de maneira indistintamente em superfícies porosas ou lisas, seja em implantes cerâmicos ou metálicos, porém a maior rugosidade desempenha um papel preponderante no percentual de aposição celular sobre a superfície implantada, assim como um aumento na velocidade dessa aposição. Tendo como base testes realizados para avaliar o torque necessário para a

remoção dos implantes concluiu-se que o acabamento superficial e o tratamento químico realizado nas superfícies dos materiais utilizados em implantes podem atuar nas forças cisalhantes, portanto, o acabamento da superfície do implante pode otimizar a osseointegração. (AMARANTE e LIMA, 2001).

Osseointegração ocorre basicamente quando um componente não biológico é incorporado ao esqueleto humano com capacidade de suportar carga funcional da estrutura. Uma osseointegração bem-sucedida exige que o tecido ósseo aceite a presença da ancoragem protética e se adapte à transferência de carga funcional, mas não reaja à presença do componente não biológico iniciando fenômenos de rejeição, mesmo em longo prazo (BRÄNEMARK, 1985).

Pioneiro nos estudos de osseointegração, Bränemark (1985) realizou um estudo de microscopia vital em seres humanos, analisando a microcirculação sanguínea, o processo inflamatório e o processo de reparo ósseo. O autor junto com demais colaboradores da pesquisa, perceberam que os modelos implantados em tecido ósseo, após o tempo de cicatrização, não podiam ser removidos sem fratura da estrutura óssea adjacente.

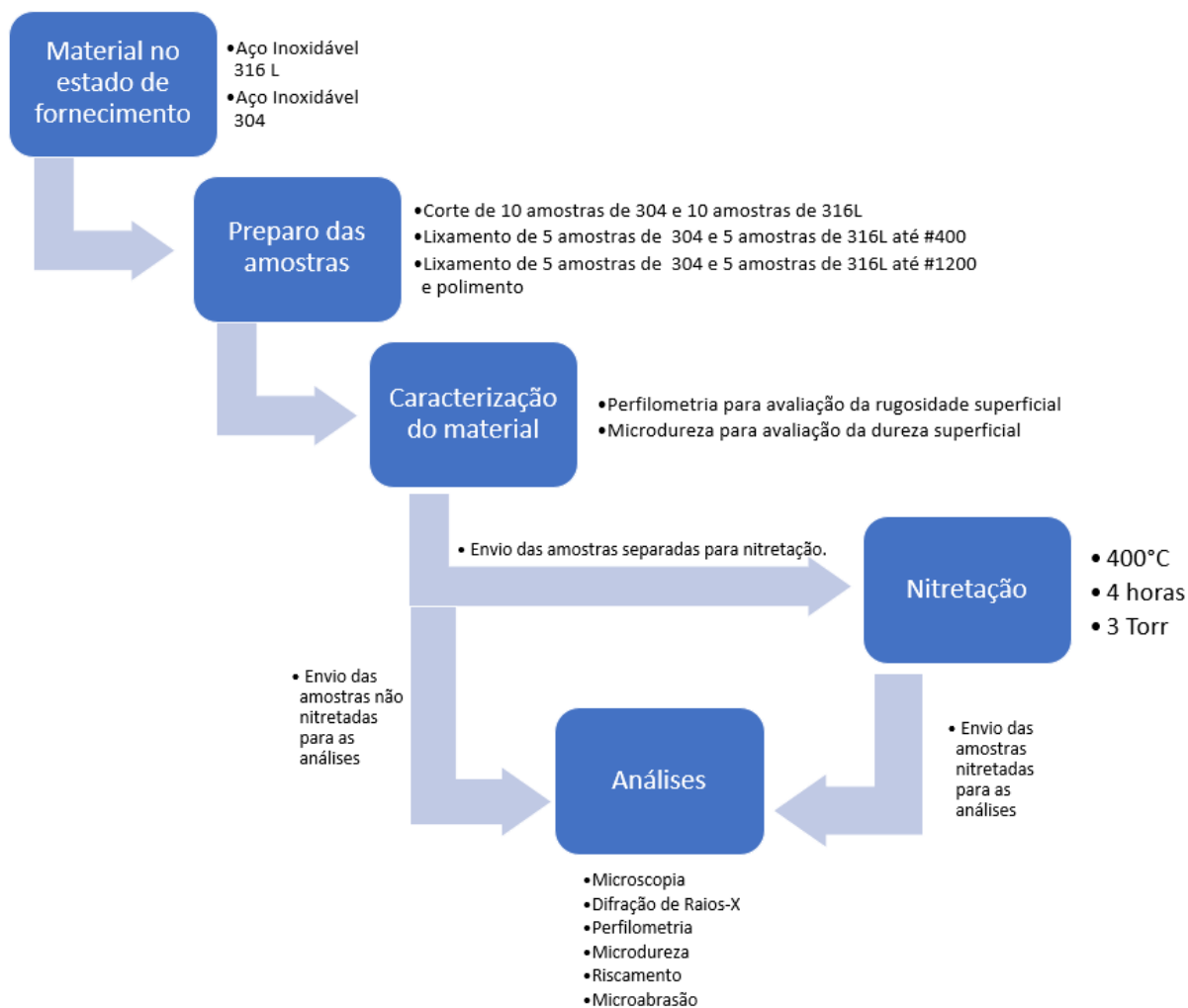
Após os estudos iniciados por Bränemark, surgiram no mercado vários tipos de implantes similares ao modelo original. Assim iniciaram-se a confecção de produtos com equivalência de tamanho, formato e composição; porém o acabamento superficial pode variar significativamente de acordo com as técnicas de acabamento e tratamento de superfície, alterando substancialmente o processo de osseointegração (SILVA, 2003).

A busca para otimizar as condições de osseointegração, trouxeram o conceito de aumento de área de contato através da texturização de superfície. Implantes com superfície rugosa apresentam maior área de contato osso-implante e conseqüentemente maiores características biomecânicas (Carvalho et al., 2009; SILVA, 2003).

3 METODOLOGIA

O fluxograma da Figura 13 ilustra as etapas de preparo, caracterização, experimento e análise utilizadas neste trabalho.

Figura 13 - Fluxograma das etapas do projeto



Fonte: Autoria própria (2019)

3.1 MATERIAL E PREPARO DAS AMOSTRAS

Para este estudo, foram utilizados os aços inoxidáveis 304 e 316 L. O material foi fornecido na forma de barras trefiladas com 1" de diâmetro e aproximadamente 30 cm de comprimento. Com o auxílio do equipamento Arocor60 da Arotec, as amostras foram cortadas em espessuras de aproximadamente 0,5 cm. Foram

cortadas 10 amostras de aço 304 e 10 amostras de aço 316L. Após o procedimento de corte, as amostras foram limpas com água destilada e álcool etílico 98 GL.

As amostras com superfície rugosa foram lixadas com lixas granulometria 220 mesh até 400 mesh, com auxílio da Lixadeira Metalográfica Struers de modelo Knuth Rotor. As amostras polidas tiveram o mesmo tratamento das amostras lixadas, porém, foi feito um lixamento gradual em lixas de granulometrias de 220 até 1200 mesh, respectivamente. A quantidade de amostras de cada material que foram lixadas ou polidas encontram-se na Tabela 3. O polimento foi realizado e uma das faces das amostras utilizando a politriz APL-4, modelo Arotec, sendo aplicado uma solução de diamante de até 9 µm e água destilada ao longo do processo. As amostras foram secas por convecção forçada utilizando um secador simples.

Tabela 3 - Relação das amostras preparadas

Amostras	Estado de fornecimento
Aço Inox 304 polido	5 amostras
Aço Inox 304 lixado 400 mesh	5 amostras
Aço Inox 316L polido	5 amostras
Aço Inox 316L lixado 400 mesh	5 amostras

Fonte: Aatoria própria (2019)

Antes da nitretação, as amostras foram limpas em banho de ultrassom, utilizando o Metason 60 T da Struers. Em um becker, as amostras foram submersas em álcool etílico 98 GL e colocadas no ultrassom por 5 minutos. Após este procedimento, as amostras foram secas por convecção forçada e armazenadas em sacos plásticos individualmente para evitar contaminação.

3.2 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL

As amostras que foram lixadas e as que foram polidas foram enviadas para o CMCM (Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais) onde foram feitas análises perfilométricas das superfícies. Os parâmetros selecionados para análise são apresentados na Tabela 4, o que cada parâmetro representa durante a leitura de rugosidade do material foi discutido na seção 2.8.

Tabela 4 - Parâmetros analisados na perfilometria.

Parâmetros da perfilometria
Sa
Sq
Sp
Sv
Sz

Fonte: Autoria própria (2019)

Foram feitas medições de dureza vickers, com auxílio do HMV-2 da SHIMADZU, as medições foram realizadas em um exemplar de aço inoxidável 304 e em um de aço inoxidável 316L. A carga utilizada para as amostras não nitretadas foi de 490,3 mN e de 980,7 mN durante 15 segundos. Os resultados foram obtidos a partir da média de cinco indentações.

3.3 NITRETAÇÃO

Com o intuito de manter a rugosidade do material, foi utilizado um reator com uma câmara de vácuo de 300 mm de diâmetro e 300 mm de comprimento do tipo parede quente, que conta com uma resistência elétrica que ajuda na manutenção da temperatura durante o tratamento. A adição da resistência faz com que o processo de aquecimento da peça ocorra separado do processo de nitretação, minimizando o efeito *sputtering* na peça. A temperatura utilizada foi de 400 °C durante 4 horas. A Figura 14 ilustra a representação esquemática do reator e seus componentes.

A fonte de corrente contínua utilizada foi a de modelo Pinnacle plus+ Series Single Magnetron Power Supplies, com uma frequência adotada de 10 kHz.

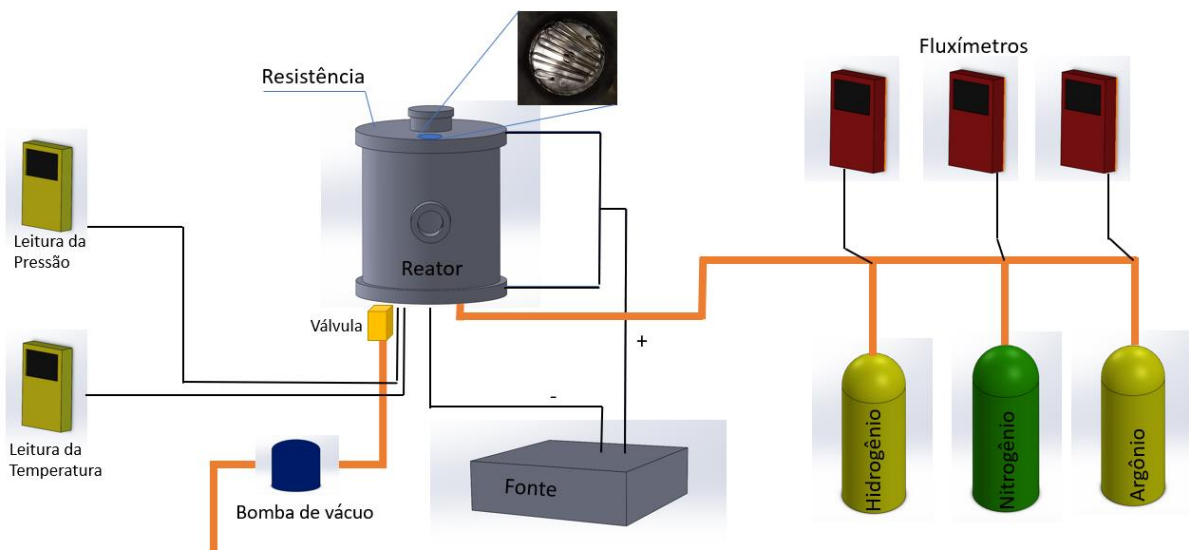
O procedimento de nitretação começou com a introdução das amostras no reator e o acionamento da bomba de vácuo. As amostras foram deixadas por cerca de 12 horas no reator para garantir que o reator alcançasse uma pressão de aproximadamente 0,01 Torr. Fluxos alternados de hidrogênio e vácuo foram introduzidos para eliminar possível umidade nas paredes do reator. Foram utilizados fluxímetros para a regulagem dos gases vindos dos cilindros para o reator.

A etapa de limpeza foi iniciada com os parâmetros de fluxo selecionados de 180 sccm de H₂ e 20 sccm de Ar, tensão de 500 V e pressão de 3 Torr. A temperatura utilizada foi de 300±4 °C. Esta etapa caracteriza a limpeza do reator e das amostras.

A temperatura então foi elevada para o tratamento de nitretação. A temperatura se manteve em 400 ± 4 °C. A mistura gasosa foi ajustada para 40 sccm de H₂, 140 sccm de N₂ e 20 sccm de Ar. A pressão ficou estabilizada em $3\pm 0,2$ Torr.

Após o tratamento, as amostras foram resfriadas mantendo-se um fluxo de 100 sccm de H₂ até 153 °C, quando atingido a temperatura de aproximadamente 90 °C foi feito a quebra do vácuo para a retirada das amostras.

Figura 14 - Representação esquemática do reator e seus componentes



Fonte: Autoria própria (2019)

Foram realizados dois tratamentos de nitretação por plasma, no primeiro foram nitretadas amostras de aço inoxidável 304, sendo três lixadas com granulometria 400 mesh e uma polida. No segundo foram nitretadas as amostras de 316L, sendo três lixadas com granulometria 400 mesh e uma polida. A Tabela 5 ilustra os parâmetros utilizados para a nitretação e a composição dos gases usada nas nitretações encontra-se na Tabela 6.

Tabela 5 - Parâmetros utilizados nos tratamentos de nitretação por plasma

Parâmetros	
Temperatura	400 ± 4 °C
Pressão	$3\pm 0,2$ Torr
Tempo	4 Horas
V fonte [V]	303 - 330 V
Corrente fonte [A]	$0,16\pm 0,01$ A

Fonte: Autoria própria (2019)

Tabela 6 - composição dos gases para os tratamentos de nitretação por plasma.

Composição dos gases		
Gás	Limpeza	Tratamento
N₂	0	140
Ar	180	20
H₂	20	40

Fonte: Autoria própria (2019)

3.3.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS NITRETADAS

As amostras nitretadas foram caracterizadas pelas análises de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura para medição da camada nitretada e EDS, difração de raios-X para análise de fases, perfilometria para análise dos parâmetros de superfície e microdureza para análise da dureza superficial.

3.3.2 PREPARO DAS AMOSTRAS NITRETADAS PARA A MICROSCOPIA

As amostras nitretadas foram cortadas transversalmente com auxílio da IsoMet 4000, da Buehler. Os parâmetros de corte foram de 2 mm/min para a velocidade de avanço automático e 3000 rpm para a velocidade de corte. O disco de corte utilizado foi um disco diamantado.

Foi realizado um revestimento de cobre nas amostras, utilizando-se uma solução de sulfato de cobre a 60 °C durante 10 minutos. A Figura 15 ilustra o a montagem do equipamento e o procedimento.

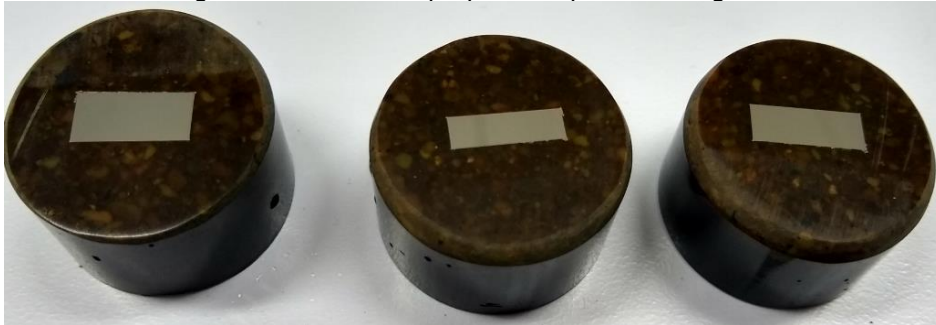
Figura 15 - Procedimento de revestimento de cobre



Fonte: Autoria própria (2019)

O embutimento foi feito com baquelite amarela de alta dureza para retenção de borda, utilizando o equipamento Predopress, da Struers. As amostras foram lixadas com o sentido da lixa contra a camada nitretada para não a danificar. Em seguida, fez-se o polimento e a limpeza. A Figura 16 mostra como ficaram as amostras após este processo.

Figura 16 - Amostras preparadas para metalografia



Fonte: Autoria própria (2019)

Antes da metalografia, as amostras foram limpas por banho de ultrassom em álcool 98 GL por 5 minutos e submetidas a um ataque químico utilizando-se o reagente Marble, sua composição encontra-se na Tabela 7. A duração do ataque foi de 20 segundos para as amostras de aço inoxidável 304 e de 25 segundos para as amostras de aço inoxidável 316L.

Tabela 7 - Composição do reagente Marble.

Composição	
CuSO ₄	4g
HCl	20ml
H ₂ O	20ml

Fonte: Autoria própria (2019)

3.4 ANÁLISES

3.4.1 MICROSCOPIA OPTICA E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Para a avaliação da camada nitretada, foi utilizado o microscópio óptico Olympus BX51M com ampliação de 1000 vezes. Com ajuda do software AnalySIS

foram feitas medições ao longo de distintas regiões da camada nitretada, então, calculou-se um valor médio resultante.

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada no CMCM (Centro de Multiusuário de Caracterização de Materiais) para medição da camada nitretada e EDS, as medições foram realizadas em três diferentes regiões com ampliações de 5.00 kX e 10.00 kX.

3.4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Para os ensaios de difração de raios X para detecção de fases utilizou-se o difratômetro de raios X Shimadzu XRD-6100. A faixa utilizada para varredura foi de 2θ entre 30 e 100°. A corrente foi de 20 mA e tensão foi de 40 kV. Foi utilizada radiação de Cobre ($\lambda=1,5418 \text{ \AA}$) em modo de ângulo rasante.

3.4.3 PERFILOMETRIA

As amostras nitretadas foram enviadas para o CMCM (Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais) onde foram feitas análises perfilométricas das superfícies utilizando os mesmos parâmetros contidos na Tabela 4, com intuito de comparação com as amostras não nitretadas para identificar se houveram mudanças na rugosidade superficial. A área analisada para a amostra de aço 316L foi a área de teste conforme Figura 21 para comparação com amostra de 304. Foram feitas comparações também, entre as 3 regiões da amostra de 316L.

3.4.4 MICRODUREZA

Foram feitas medições de dureza Vickers, com auxílio do HMV-2 da SHIMADZU, as medições foram realizadas em um exemplar de aço inoxidável 304 nitretado e em um de aço inoxidável 316L nitretado. As cargas utilizadas para as amostras nitretadas foram de 490,3 mN e 980,7 mN com duração de 15 segundos. Os resultados foram obtidos a partir da média de 5 indentações. Observa-se que para as amostras de 316L onde ocorreu a formação de halos, foram feitas medições em três áreas distintas.

3.5 MICROABRASÃO

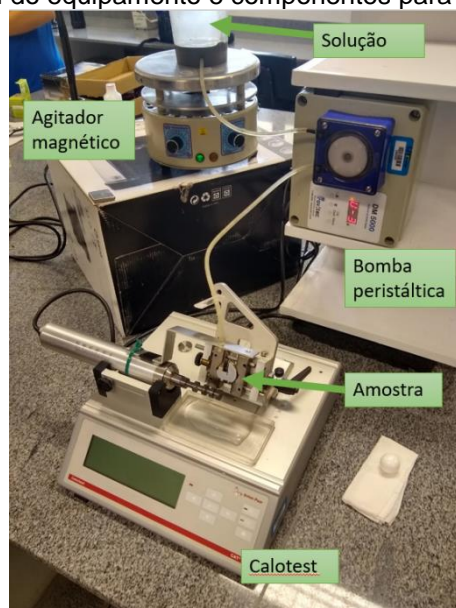
O ensaio de microabrasão foi realizado utilizando o Calotest compacto (CATc) da Anton Paar Produtos. A amostra foi fixada em um suporte, onde sofreu abrasão por uma esfera de zircônia com 24,5 mm de diâmetro, ao mesmo tempo em que uma solução de 0,9 NaCl com 1% de óxido de alumínio gotejava com granulometria de 0,3 μm constantemente sobre a superfície. A média de gotas por minuto foi de $15 \pm 0,55$, para controlar a dosagem de fluido foi utilizada uma bomba peristáltica autoescurvante compacta modelo DM 5000 da marca Provetec, com taxa de aproximadamente 2 ml/min. Ao longo do processo, a solução foi constantemente homogeneizada utilizando-se um agitador magnético, conforme a Norma (ISO 26424, 2016).

Foi utilizado um ângulo de 67° de inclinação da amostra para obter-se uma carga estática de 0,2 N conforme a Norma (ISO 26424, 2016).

A Figura 17 detalha a montagem do equipamento e seus principais componentes e a Figura 18 detalha o procedimento de abrasão em execução.

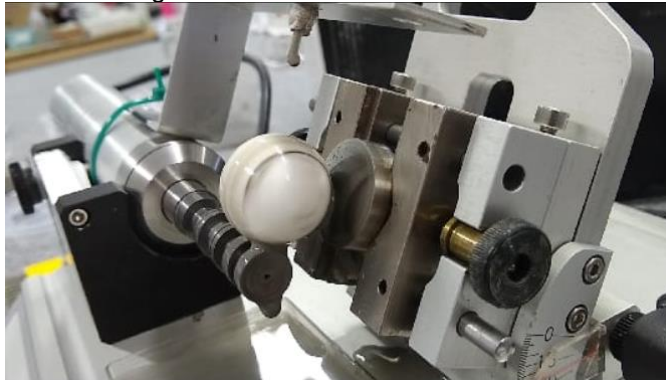
Em cada amostra foram realizados cinco ensaios com diferentes tempos, sendo eles 60, 120, 180, 210, 240 segundos. Para as amostras de 316L que apresentaram halos, os ensaios foram realizados na região denominada “área de teste”, conforme a Figura 19.

Figura 17 - Montagem do equipamento e componentes para testes de microabrasão



Fonte: Autoria própria (2019)

Figura 18 - Ensaio de microabrasão



Fonte: Autoria própria (2019)

Figura 19 - Área de teste para a microabrasão



Fonte: Autoria própria (2019)

A distribuição dos ensaios encontra-se na Tabela 8.

Tabela 8 - Relação dos ensaios de microabrasão

amostra	número de ensaios
316L nitretada polida	5
316L nitretada lixada	5
304 nitretada polida	5
304 nitretada lixada	5
316L não nitretada polida	5
316L não nitretada lixada	5
304 não nitretada polida	5
304 não nitretada lixada	5

Fonte: Autoria própria (2019)

Os diâmetros resultantes do processo de abrasão esférica foram medidos através da microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 1.00 kX. Foram

então analisados os diâmetros das calotas de desgaste para o cálculo do volume perdido, profundidade e coeficiente de desgaste, Equação 1. Para realização desses cálculos é necessário calcular também o volume das calotas, Equação 2, e distância percorrida pela esfera Equação 3 (ALLSOPP, et al., 1998; COELHO, et al., 2015).

Coeficiente de desgaste:

$$k = \frac{\pi b^4}{64RXN} \quad (1)$$

Volume da calota:

$$V \approx \frac{\pi b^4}{64R} \quad (2)$$

Distância percorrida esfera

$$X = \frac{\phi_{esfera} \phi_{eixo} \pi n_{eixo}}{\sqrt{\phi_{esfera}^2 - L^2}} \quad (3)$$

Onde:

b= diâmetro da calota;

R= raio da esfera;

X= distância percorrida pela esfera no ensaio;

N= carga dinâmica;

L= distância entre pontos de apoio da esfera;

ϕ_{esfera} = diâmetro da esfera (mm);

ϕ_{eixo} = diâmetro do eixo (mm);

n_{eixo} = número de voltas do eixo.

3.6 RISCAMENTO

Os ensaios de riscamento foram realizados utilizando o tribometro UMT – 2 Multi-Specimen Test System, CETR. Os ensaios foram realizados na área de teste conforme a Figura 19. A carga aplicada no ensaio foi variável de 2 a 8 N. Foi utilizado um indentador do tipo Rockwell de diamante, com raio de 0,2 mm sem lubrificação e velocidade de deslocamento de 0,17 mm/s. A partir de séries de três repetições, foram traçadas curvas de coeficiente de atrito. O espaçamento entre os riscos foi de 2 mm e o comprimento dos riscos foi de 5 mm.

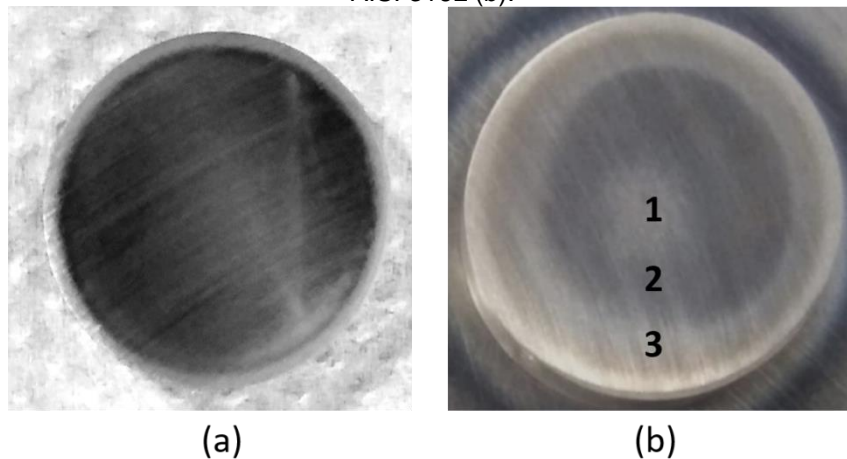
A medição dos riscos e determinação das regiões onde as trincas iniciaram foram feitas por microscopia eletrônica de varredura no CMCM com ampliação de 10.00 kX. A partir das análises feitas por EDS, mediu-se a distância do início do risco até a formação da primeira trinca, com estes valores, correlacionou-se qual foi a carga aplicada neste instante, determinando-se assim a carga crítica.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 ASPECTO VISUAL DAS AMOSTRAS NITRETADAS

Na Figura 20 é possível observar a superfície da camada nitretada na temperatura de 400 °C, durante quatro horas, das amostras lixadas dos aços AISI 304 e AISI 316L. Fica evidente em ambas as amostras a formação de anéis de erosão característicos do efeito de borda. Os anéis formados são descontínuos, irregulares e possuem coloração variável desde o centro até a borda das amostras. Segundo Oliveira *et. al.* (2017) esse fenômeno ocorre como consequência das variações do campo elétrico próximo às bordas das amostras, distúrbios magnéticos em áreas de encontro de quinas ou flancos, gerando assim um superaquecimento localizado. Este efeito depende também do peso atômico e da densidade do material sob bombardeamento e pode afetar significativamente as propriedades da camada nitretada.

Figura 20 - Vista superior das camadas nitretadas formadas na superfície do aço AISI304 (a) e do aço AISI 316L (b).



Fonte: Autoria própria (2019)

Os anéis de erosão foram mais evidentes nas amostras AISI 316L lixadas com granulometria de 400 mesh e polidas, sendo possível separar os anéis em três regiões com variação de cor, espessura e propriedades mecânicas. Na Figura 20(b) esses anéis foram enumerados de 1 a 3, válido para as amostras polidas e lixadas, facilitando assim a apresentação dos resultados nos próximos tópicos.

4.2 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

As composições dos aços AISI 304 e AISI 316L foram determinadas pelo método de espectroscopia de dispersão em energia - EDS, por meio de equipamento de propriedade do Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais - CMCM, localizado na Sede Centro do Campus Curitiba da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Essas composições são apresentadas na Tabela 9, Tabela 10 e Tabela 11.

Tabela 9 - Composição química dos principais elementos dos aços AISI 304 e AISI 316L em estado de fornecimento (sem tratamentos associados).

Material	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Fe	Cu
AISI 304	3,94	18,77	7,66	-	1,86	0,38	67,39	-
AISI 316L	4,47	16,97	9,44	2,16	1,88	0,41	64,14	0,52

Fonte: Autoria própria (2019)

Tabela 10 - Composição química dos principais elementos do aço AISI 304 após nitretação

C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Fe	Cu	N	O
10,91	13,58	5,17	-	1,31	0,58	49,02	3,88	5,66	7,05

Fonte: Autoria própria (2019)

Tabela 11 - Composição química dos principais elementos do aço AISI 316L após nitretação, para cada anel formado.

Anel	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Fe	Cu	N	O
1	5,33	15,03	8,64	2,20	1,67	0,50	57,28	1,34	8,04	-
2	6,96	14,76	8,18	2,18	1,48	0,52	57,62	1,74	5,52	0,97
3	5,35	14,93	7,92	2,07	1,60	0,44	57,45	1,60	7,75	-

Fonte: Autoria própria (2019)

Se comparar os resultados obtidos nas Tabela 9 e Tabela 10 com a composição química emitida em laudo de fornecimento pela empresa Favorit Aços Especiais, Tabela 1 e Tabela 2, percebe-se que o ensaio de EDS detectou grande parte dos componentes descritos e em valores aproximados, o que comprova que os aços utilizados são de fato aço inoxidável AISI 304 e AISI 316L. O carbono é um elemento difícil de ser detectado por meio de EDS, portanto a diferença entre a composição de carbono presentes no laudo e as observadas nos resultados não deve ser levada em consideração.

Pode-se observar que após o tratamento de nitretação a plasma a presença de nitrogênio na composição química do aço sugerindo, portanto que ocorreu a difusão

do elemento na superfície da matriz para todas as amostras. No caso dos anéis de erosão número um e três, a concentração de nitrogênio foi maior comparado ao anel dois.

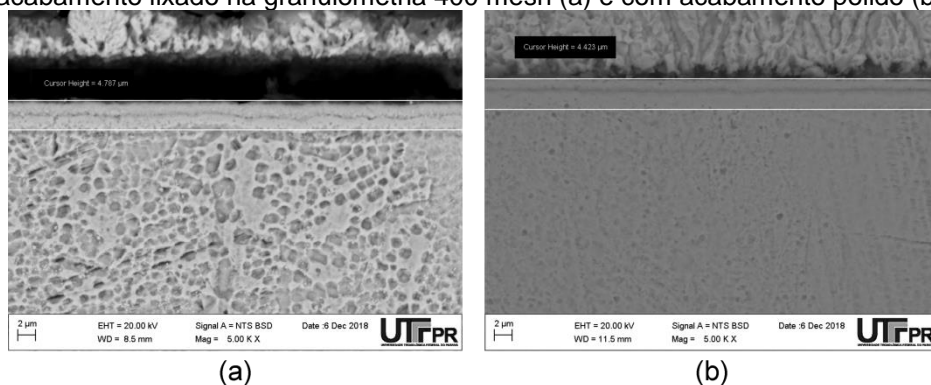
Para o aço AISI 304 e no anel de erosão número dois do aço AISI 316L foi detectado oxigênio, que pode estar presente na composição devido à formação da camada passiva do aço, provavelmente uma formação espontânea de óxido de cromo por alguma exposição da superfície metálica ao ar.

Em quantidades elevadas todos os elementos dos aços inoxidáveis são nocivos quando empregados em implantes, porém, segundo as normas e legislações publicadas no portal da , as composições dos elementos detectados por meio de EDS nesta pesquisa estão em quantidade aceitável, sendo considerado pequeno o risco de reação em relação às vantagens de seu emprego, tornado então as pesquisas a respeito da aplicação destes materiais mais relevantes que qualquer fator de risco.

4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

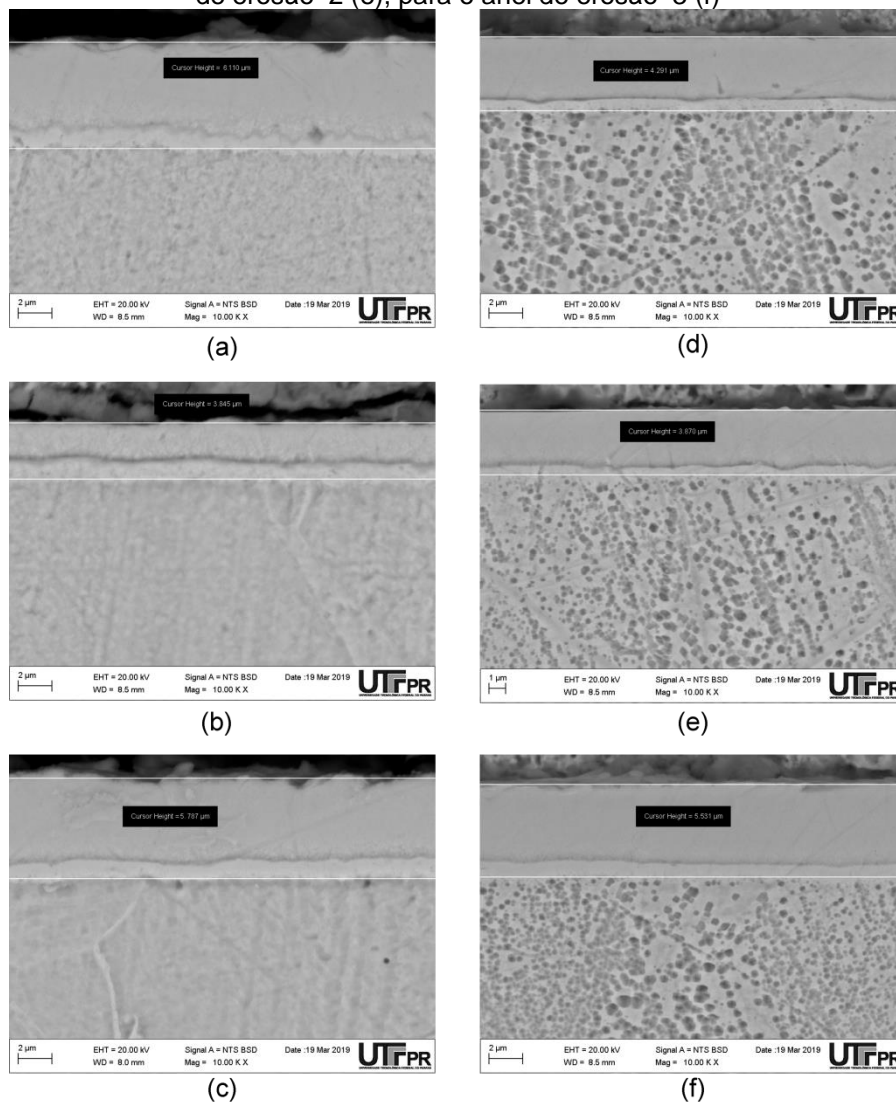
A Figura 21 e a Figura 22 apresentam as microscopias eletrônica de varredura na seção transversal das amostras com acabamento polido e lixado granulometria 400 mesh de AISI 304 e AISI 316L nitretadas a plasma. Após ataque químico realizado com o reagente Marble, foi realizado verificou-se a formação de uma camada uniforme, onde a espessura varia de acordo com o aço utilizado. A Tabela 13 apresenta o valor médio da espessura da camada de 17 medições realizadas ao longo de toda seção transversal da amostra de aço AISI 304. Para o aço AISI 316L foram realizadas 9 medições em cada anel formado para amostra apresentado na Tabela 12.

Figura 21 - Micrografias obtidas por MEV das seções transversais do aço inoxidável AISI 304 com acabamento lixado na granulometria 400 mesh (a) e com acabamento polido (b).



Fonte: Autoria própria (2019)

Figura 22 - Micrografias obtidas por MEV das seções transversais do aço inoxidável AISI 316L com acabamento lixado na granulometria 400 mesh para o anel de erosão 1 (a), para o anel de erosão 2 (b), para o anel de erosão 3 (c) e com acabamento polido para o anel de erosão 1 (d), para o anel de erosão 2 (e), para o anel de erosão 3 (f)



Fonte: Autoria própria (2019)

É possível notar na micrografia de todas as amostras duas linhas de camadas, sendo que a camada superior assemelha-se a formação de austenita expandida ao nitrogênio ou fase S, como também é conhecida, e a segunda localizada ligeiramente acima do substrato. Esta segunda camada pode ser uma formação de austenita expandida ao carbono, Czerwiec et. al, (2005) também observou esta formação em seu estudo sobre camadas duplas em aços inoxidáveis austeníticos nitretados a plasma. Este fenômeno é comum nos processos de nitretação, que se forma a partir do deslocamento de carbono do substrato durante a difusão até linha que delimita a

fase S. Essa segunda camada também é evidenciada por Gontijo *et. al.* (2007) e pode ser confirmada através dos resultados obtidos pelo EDS.

Tabela 12 – Valores médios da espessura das camadas formadas na superfície do aço AISI 316L nitretado a plasma por quatro horas a diferentes acabamentos superficiais.

Espessura da camada nitretada aço AISI 316L (μm)		
Anel de Erosão	Acabamento	
	Polido	Lixado
1	4,20 \pm 0,09	6,31 \pm 0,51
2	3,98 \pm 0,12	3,81 \pm 0,18
3	5,43 \pm 0,16	5,90 \pm 0,19

Fonte: Autoria própria (2019)

Tabela 13 - Valores médios da espessura das camadas formadas na superfície do aço AISI 304 nitretado a plasma por quatro horas a diferentes acabamentos superficiais.

Espessura da camada nitretada aço AISI 304 (μm)	
Acabamento	
Polido	Lixado
4,57 \pm 0,06	4,51 \pm 0,34

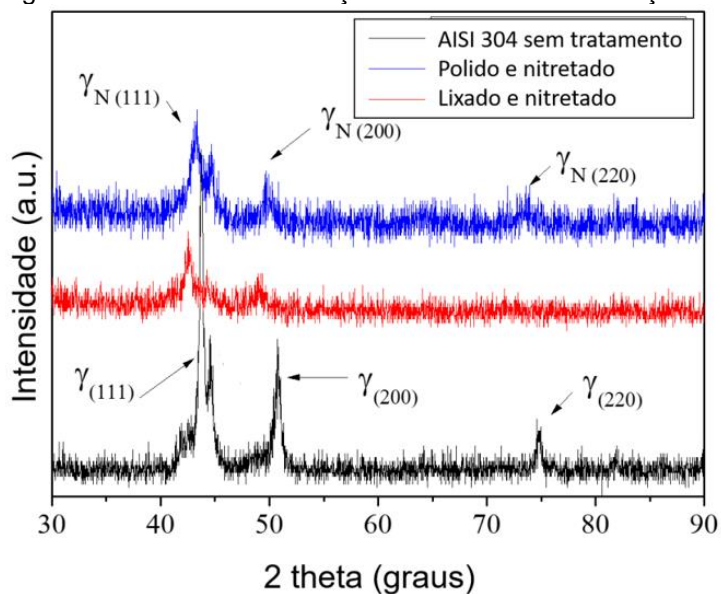
Fonte: Autoria própria (2019)

O aço AISI 304 apresentou espessura de camada uniforme em todas amostras, confirmado pelo baixo valor de desvio padrão apresentado. Para estas amostras o acabamento superficial não afetou a espessura da camada nitretada.

Para as amostras de aço AISI 316L lixada a 400 mesh e polida, de acordo com a Tabela 12, observa-se uma variação da espessura da camada nitretada, sendo que o anel de erosão um (no centro da amostra) e o anel de erosão três (mais próximo à borda da amostra) possuem uma espessura similar. As camadas formadas para o aço AISI 304, Tabela 13, foram menores que as camadas observadas nos anéis um e três, e ligeiramente maior quando comparada ao anel de erosão dois. Em teoria a espessura da camada formada para o aço AISI 304 deveria ser maior comparada ao aço AISI 316L, segundo Gontijo *et. al.* (2017) o aço 316L possui menor coeficiente de difusão e uma maior solubilidade do nitrogênio provocada pelo maior teor de molibdênio presente no aço AISI 316L, esse efeito pode ter sido prejudicado pela formação dos anéis de erosão. Apesar da formação irregular da camada nitretada pode-se observar que não houve precipitação dos nitretos de cromo para nenhuma das amostras em questão, como mostram a Figura 23 e a Figura 24.

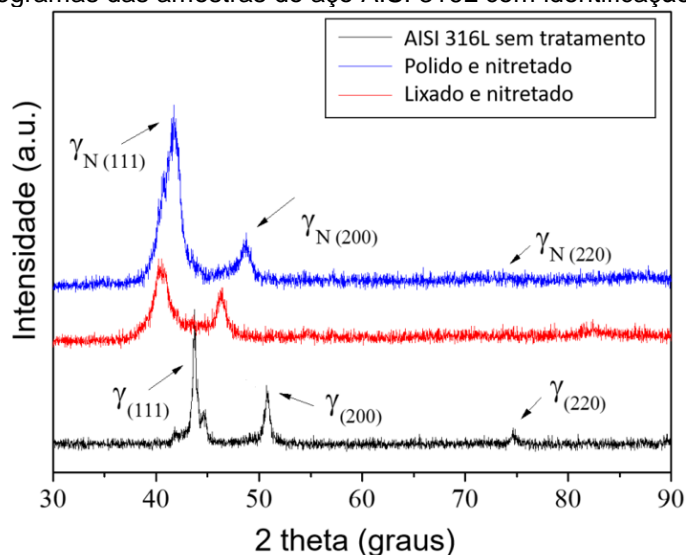
Foram realizadas análises por difração de raio-X nas seções transversais das amostras a fim de confirmar a formação da fase S constatada nos ensaios de microscopia de elétrons de varredura, como também identificar a presença de outras fases que não foram visualizadas por essas técnicas.

Figura 23 - Difratomogramas das amostras do aço AISI 304 com identificação dos picos da fase.



Fonte: Autoria própria (2019)

Figura 24 - Difratomogramas das amostras do aço AISI 316L com identificação dos picos da fase



Fonte: Autoria própria (2019)

Observa-se que em todas as amostras após o tratamento ocorreram apenas picos de austenita expandida (γ_N), ou também conhecida como fase S, não apresentando picos associados ao nitreto de cromo (CrN). Os resultados de difração

apresentados para o aço AIS 316L se referem ao anel de erosão número dois e foi escolhido como modelo para comparação, uma vez que suas características químicas assemelham-se aos resultados obtidos para aço AISI 304. O pico alfa observados para amostras antes do tratamento de nitretação a plasma desaparece após o procedimento. Cabe aqui destacar também a ausência da fase de ferrita delta na estrutura. Silva e Oliveira (2011) destacam a formação de fases secundárias como a ferrita delta como fator altamente prejudicial às propriedades físico-químicas e promoção de características ferromagnéticas ao material. Os autores ainda relatam casos de pacientes portadores de próteses de aço inoxidável austenítico que tiveram seus resultados dos exames de ressonância magnética alterados, sugerindo que uma possível formação de ferrita delta no material implantado tenha interagido com o campo magnético do equipamento.

4.4 PERFILOMETRIA INICIAL

O propósito da avaliação perfilométrica inicial foi avaliar as texturas superficiais e verificar as possíveis influências da rugosidade na resposta da microabrasão dos aços AISI 304 e AISI 316L. Os parâmetros selecionados para a descrição da textura superficial foram: Sa, Sq, Sv, Sp, Sz.

Foram submetidas ao ensaio de perfilometria 3D um total de seis amostras, escolhidas de forma aleatória, sendo três de aço AISI 304 e três de aço AISI 316L, sendo três de cada amostra com acabamento superficial lixado na granulometria 400 mesh e três com acabamento polido.

A Tabela 14 apresenta os resultados obtidos para os aços sem tratamento de nitretação, sendo eles denominados como AISI 316L-LS e AISI 304-LS, para os aços com acabamento lixado e AISI 316L-PS e AISI 304-PS para as amostras com acabamento polido.

Tabela 14 - Resultado da perfilometria para as amostras lixadas e polidas de AISI304 e AISI 316L não nitretadas.

Material	AISI 316L	AISI 316L	AISI 304	AISI 304
	LS	PS	LS	PS
Parâmetros				
Sq (µm)	0,216±0,005	0,226±0,006	0,188±0,011	0,035±0,011
Sp (µm)	0,841±0,012	0,890±0,026	0,701±0,031	0,163±0,031
Sv (µm)	1,005±0,204	0,922±0,011	0,814±0,091	0,499±0,091

Sz (μm)	1,847 \pm 0,207	1,813 \pm 0,030	1,515 \pm 0,123	0,662 \pm 0,123
Sa (μm)	0,196 \pm 0,003	0,014 \pm 0,005	0,144 \pm 0,007	0,019 \pm 0,007

Fonte: Autoria própria (2019)

Foram avaliados, também, os parâmetros de rugosidade das amostras pós-tratamento de nitretação a plasma. A Tabela 15 apresenta os parâmetros de rugosidade com desvio padrão das amostras tratadas de AISI 304 e a Tabela 16 os parâmetros de rugosidade com desvio padrão para cada anel formado do aço AISI 316L.

Tabela 15 - Resultado da perfilometria para as amostras lixadas e polidas de AISI 304 após nitretação.

Material	AISI 304	AISI 304
	LN	PN
Parâmetros		
Sq (μm)	0,163 \pm 0,011	0,076 \pm 0,003
Sp (μm)	0,648 \pm 0,053	0,518 \pm 0,092
Sv (μm)	0,847 \pm 0,186	0,641 \pm 0,093
Sz (μm)	1,496 \pm 0,159	1,159 \pm 0,009
Sa (μm)	0,118 \pm 0,006	0,039 \pm 0,004

Fonte: Autoria própria (2019)

Tabela 16 - Resultado da perfilometria para as amostras nitretadas.

Material	AISI 316L - LN			AISI 316L - PN		
	Parâmetros					
Anel	1	2	3	1	2	3
Sq (μm)	0,395 \pm 0,015	0,257 \pm 0,020	0,315 \pm 0,019	0,1541 \pm 0,002	0,109 \pm 0,002	0,136 \pm 0,003
Sp (μm)	1,497 \pm 0,050	1,155 \pm 0,042	1,305 \pm 0,045	1,009 \pm 0,084	0,720 \pm 0,100	0,838 \pm 0,093
Sv (μm)	1,640 \pm 0,170	1,313 \pm 0,185	1,484 \pm 0,201	0,676 \pm 0,095	0,687 \pm 0,093	0,699 \pm 0,097
Sz (μm)	3,137 \pm 0,139	2,468 \pm 0,160	2,789 \pm 0,145	1,685 \pm 0,008	1,407 \pm 0,008	1,537 \pm 0,007
Sa (μm)	0,311 \pm 0,008	0,166 \pm 0,005	0,242 \pm 0,005	0,117 \pm 0,004	0,079 \pm 0,008	0,102 \pm 0,005

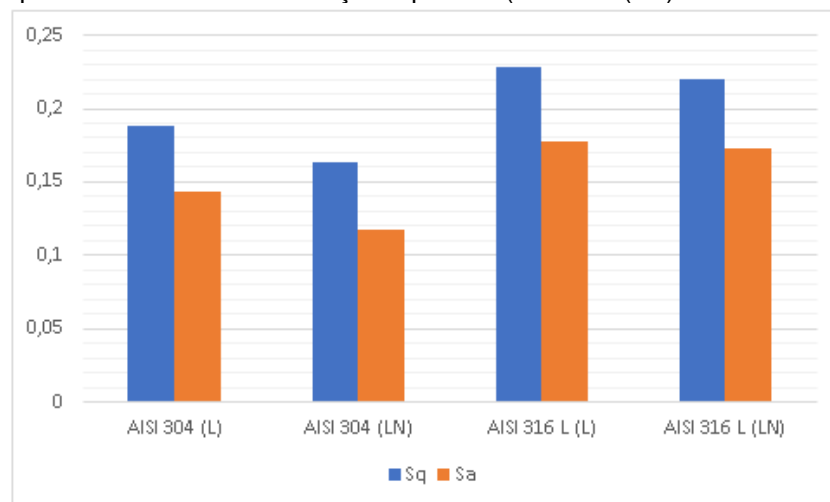
Fonte: Autoria própria (2019)

Pode-se considerar que os parâmetros de rugosidade para os três anéis formados na amostra não apresentaram uma diferença significativa, cerca de apenas 2%, pode-se, portanto, concluir que as amostras de AISI 316L possuíram rugosidade homogênea nas três regiões observadas. Também fica de fácil visualização a baixa variação da rugosidade após o tratamento de nitretação quando comparamos com as mostras em estado de fornecimento, como era esperado para este sistema de tratamento utilizado.

Através da Figura 25 pode-se concluir que após os tratamentos a plasma os parâmetros de rugosidade média (Sa e Sq) é possível observar uma redução de 18%

da rugosidade média para as amostras de aço AISI 304 com tratamento de nitretação a plasma em comparação as amostras sem tratamento. O aço AISI 316 L também apresentou redução da rugosidade, porém de maneira menos significativa, cerca de apenas 2%. Essa redução já foi prevista por Raman e Jayaprakash (2006), onde os autores descrevem uma redução na rugosidade do aço AISI 304, tratado por nitretação a plasma a baixa temperatura (420°C) durante 6 horas. Os autores relatam que durante a nitretação a plasma os detritos resultantes do efeito “sputtering” (erosão catódica) normalmente promovem um aumento na rugosidade da amostra, porém se a superfície amostrada submetida ao tratamento possuir acabamento áspero, estes detritos podem ser remanejados para os vales adjacentes, reduzindo, portanto, o perfil de rugosidade superficial da amostra.

Figura 25 – Parâmetros de rugosidade média A_s e S_q comparando os valores obtidos para os aços lixados à 400 mesh sem tratamento de nitretação a plasma (AISI 304 (L) e AISI 316 L (L)) e os aços lixados à 400 mesh após o tratamento de nitretação a plasma (AISI 304 (LN) e AISI 316 L (LN)).

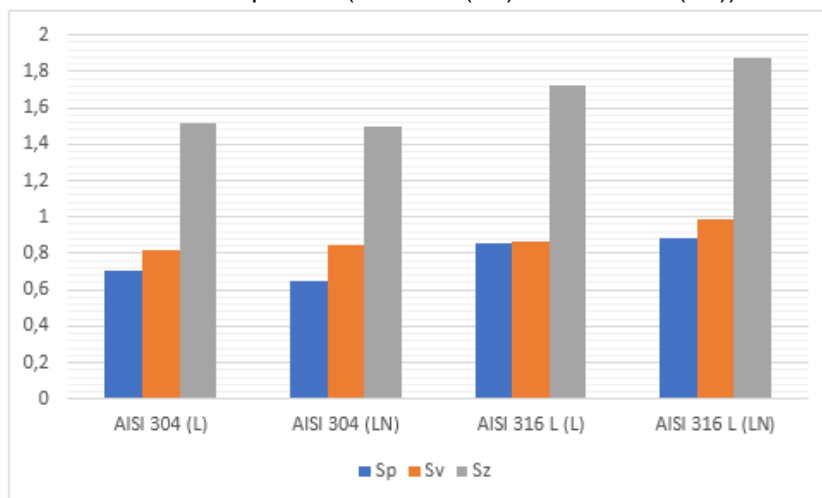


Fonte: Autoria própria (2019)

Para avaliar as modificações de textura superficial foram comparados os parâmetros S_v , S_p e S_z . Através desta análise é possível inferir se o mecanismo de textura foi resultado de um aumento na profundidade dos vales ou na altura dos picos preexistentes. Na **Figura 26** pode-se observar que as amostras de AISI 304 nitretadas a plasma ocorreu uma pequena redução (cerca de 1,3%) na amplitude total (S_z) em comparação aos valores obtidos antes do tratamento. Já para o aço AISI 316 L a amplitude total aumentou cerca de 8% em comparação as amostras não tratadas. As amostras de AISI 304 ainda sofreram uma pequena redução no sistema de amplitude de picos (S_p) na área avaliada. Em geral todas as amostras apresentaram um aumento

nas amplitudes dos vales (S_v) dentro da área avaliada. Esses parâmetros retornam valores extremos da rugosidade e não valores médios.

Figura 26 - Parâmetros de rugosidade para amplitude de pico (S_p), amplitude de vale (S_v) e amplitude total (S_z) obtidos para os aços lixados à 400 mesh sem tratamento de nitretação a plasma (AISI 304 (L) e AISI 316 L (L)) e os aços lixados à 400 mesh após o tratamento de nitretação a plasma (AISI 304 (LN) e AISI 316 L (LN))



Fonte: Autoria própria (2019)

Apesar das pequenas discrepâncias descritas na rugosidade após tratamento, considerando os desvios padrões apresentados, os resultados apresentam uma variação insignificante. O fato da rugosidade não apresentar modificações relevantes se deve a utilização do reator com resistência auxiliar que minimiza o efeito “sputtering” na superfície da amostra. Esse fato foi mencionado por Zanella (2018), que ao estudar a influência da potência de plasma nas características da superfície do aço inoxidável nitretado a baixa temperatura, onde concluiu que a variação de rugosidade obtida após os tratamentos de nitretação a plasma depende diretamente da temperatura de tratamento e, por consequência, das fases formadas na matriz do material.

4.5 ANÁLISE DA MICRODUREZA

Foram realizadas medições de dureza Vickers para fins de comparação das durezas superficiais pré e pós-tratamento de nitretação a plasma. Os resultados das medições encontram-se na Tabela 17, Tabela 18 e Tabela 19.

A carga de 980,7mN apresentou dureza próxima ao material sem tratamento, portanto, subentende-se que com esta carga está sendo realizada uma leitura maior da dureza do substrato e não da camada nitretada.

Tabela 17 - Relação das durezas obtidas em HV (Vickers) para o aço AISI 304.

Material	AISI 304					
Tratamento	Nitretação				Sem Tratamento	
Carga	490,3mN		980,7mN		490,3mN	980,7mN
Acabamento	#400	Polido	#400	Polido	-	
Dureza em HV	327 ± 6	333 ± 4	247 ± 4	254 ± 5	218 ± 5	239 ± 3

Fonte: Autoria própria (2019)

Tabela 18 - Relação das durezas obtidas em HV (Vickers) para o aço AISI 316L lixado.

Material	AISI 316							
Acabamento	#400							
Tratamento	Nitretação						Sem Tratamento	
Carga	490,3mN			980,7mN			490,3 mN	980,7 mN
Anel de Erosão	1	2	3	1	2	3	-	
Dureza em HV	620 ± 27	330 ± 15	658 ± 5	332 ± 5	289 ± 6	488 ± 40	268 ± 3	294 ± 3

Fonte: Autoria própria (2019)

Tabela 19 - Relação das durezas obtidas em HV (Vickers) para o aço AISI 316L polido.

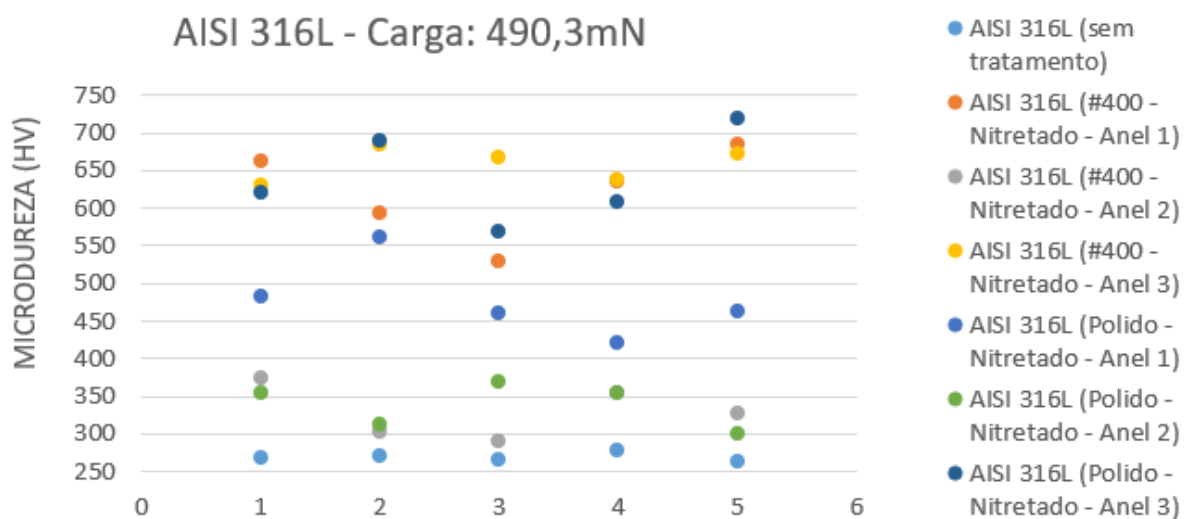
Material	AISI 316							
Acabamento	Polido							
Tratamento	Nitretação						Sem Tratamento	
Carga	490,3mN			980,7mN			490,3 mN	980,7 mN
Anel de Erosão	1	2	3	1	2	3	-	
Dureza em HV	458 ± 30	338 ± 13	640 ± 27	292 ± 13	274 ± 4	420 ± 20	268 ± 3	294 ± 3

Fonte: Autoria própria (2019)

É possível observar um significativo aumento na dureza superficial das amostras de aço AISI 304 após a nitretação a plasma. Este aumento ocorreu devido à formação da austenita expandida. As amostras de aço inoxidável AISI 316L apresentaram diferentes anéis visíveis na superfície nitretada. Para estas amostras as durezas foram analisadas separando os dados para cada anel de erosão diferente.

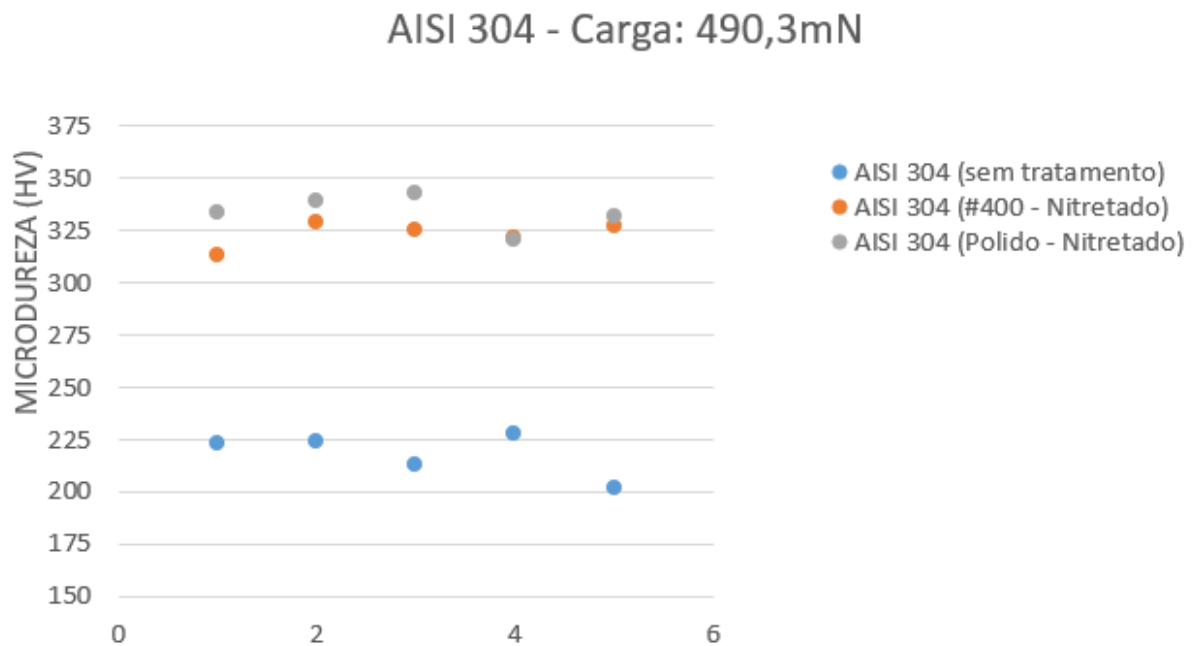
Conforme apresentado na Figura 27 e na Figura 28 observa-se que os três anéis formados após o tratamento de nitretação a plasma obtiveram um aumento na dureza das amostras, como previsto após a formação da fase S. Destaca-se também um brusco acréscimo nos resultados da dureza para os anéis um e três da amostra. Essa elevação da dureza comparada ao anel dois pode ser explicada pela espessa camada formada nas regiões um e três.

Figura 27 - Comparação dos resultados de dureza Vickers (HV) para as amostras de aços AISI 316L sem tratamento e com tratamento de nitretação a plasma os diferentes anéis de erosão.



Fonte: Autoria própria (2019)

Figura 28 - Comparação dos resultados de dureza Vickers (HV) para as amostras de aços AISI 304 sem tratamento e com tratamento de nitretação a plasma



Fonte: Autoria própria (2019)

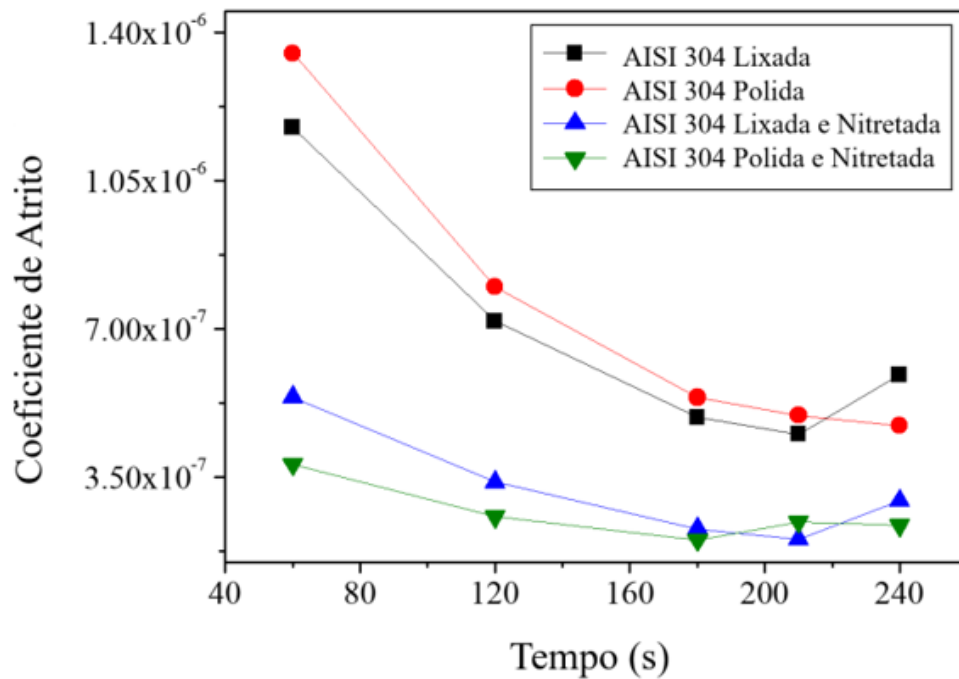
Comparando os resultados obtidos para ambos os aços, pode-se observar que o anel dois formado na amostra de AISI 316L apresentou um valor de dureza próximo ao obtido para a amostra de AISI 304. Essa semelhança na dureza pode ter ocorrido devido à similaridade da espessura de camada nitretada para estes aços.

4.6 DESGASTE ABRASIVO POR ESFERA ROTATIVA

Na Figura 29 e na Figura 30 são mostrados os resultados dos ensaios de desgaste das amostras de aço AISI 304 e AISI 316L. Em todos os casos ocorreu um significativo aumento da resistência ao desgaste em comparação com as amostras não nitretadas, comprovando, portanto, a eficácia do tratamento nas propriedades do material.

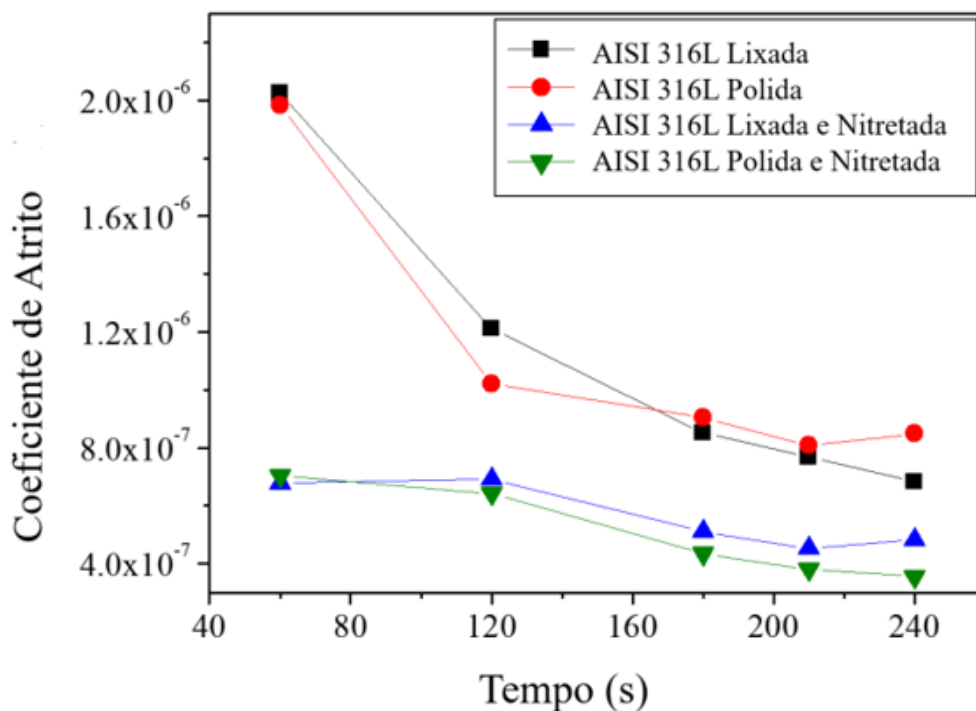
O contato entre a esfera e a superfície da amostra produz uma região desgastada com formato de uma calota esférica, conforme apresentado na Figura 31 e na Figura 32.

Figura 29 - Desempenho ao desgaste do aço AISI 304 pré e pós-tratamento de nitretação em diferentes acabamentos superficiais



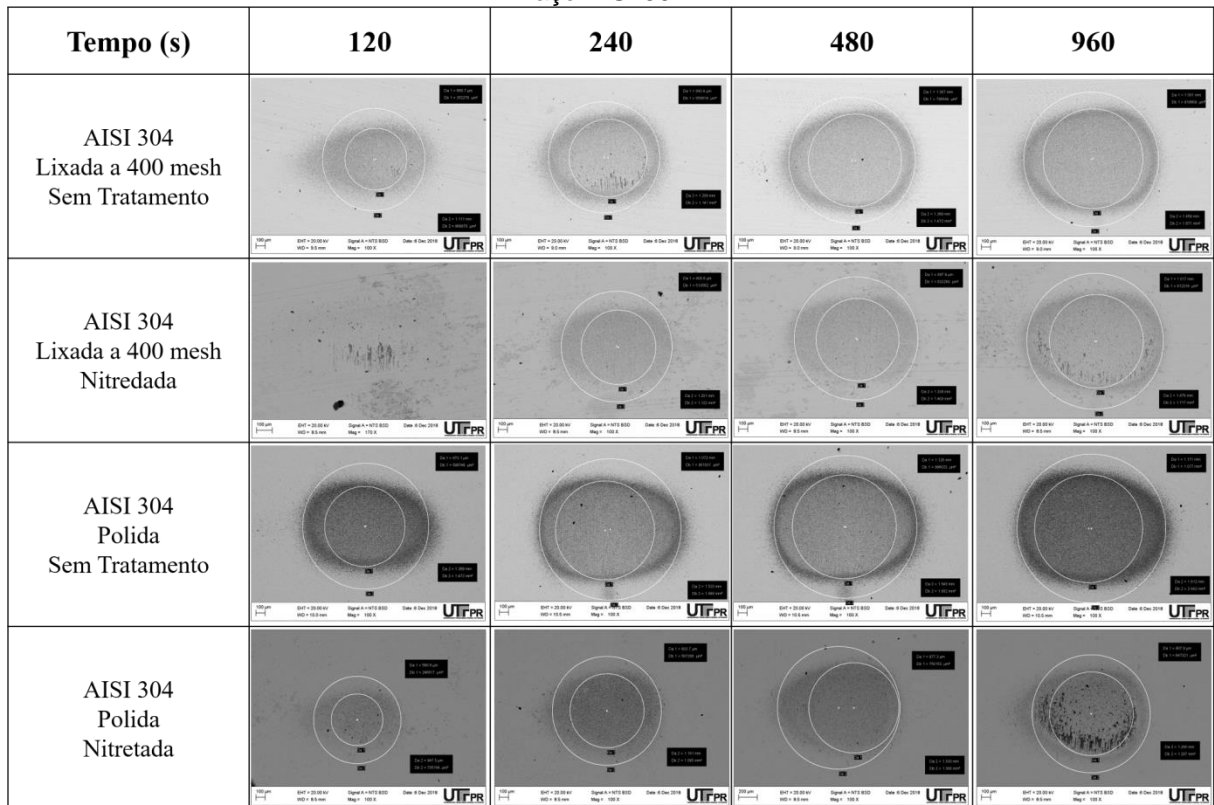
Fonte: Autoria própria (2019)

Figura 30 - Desempenho ao desgaste do aço AISI 304 pré e pós-tratamento de nitretação em diferentes acabamentos superficiais



Fonte: Autoria própria (2019)

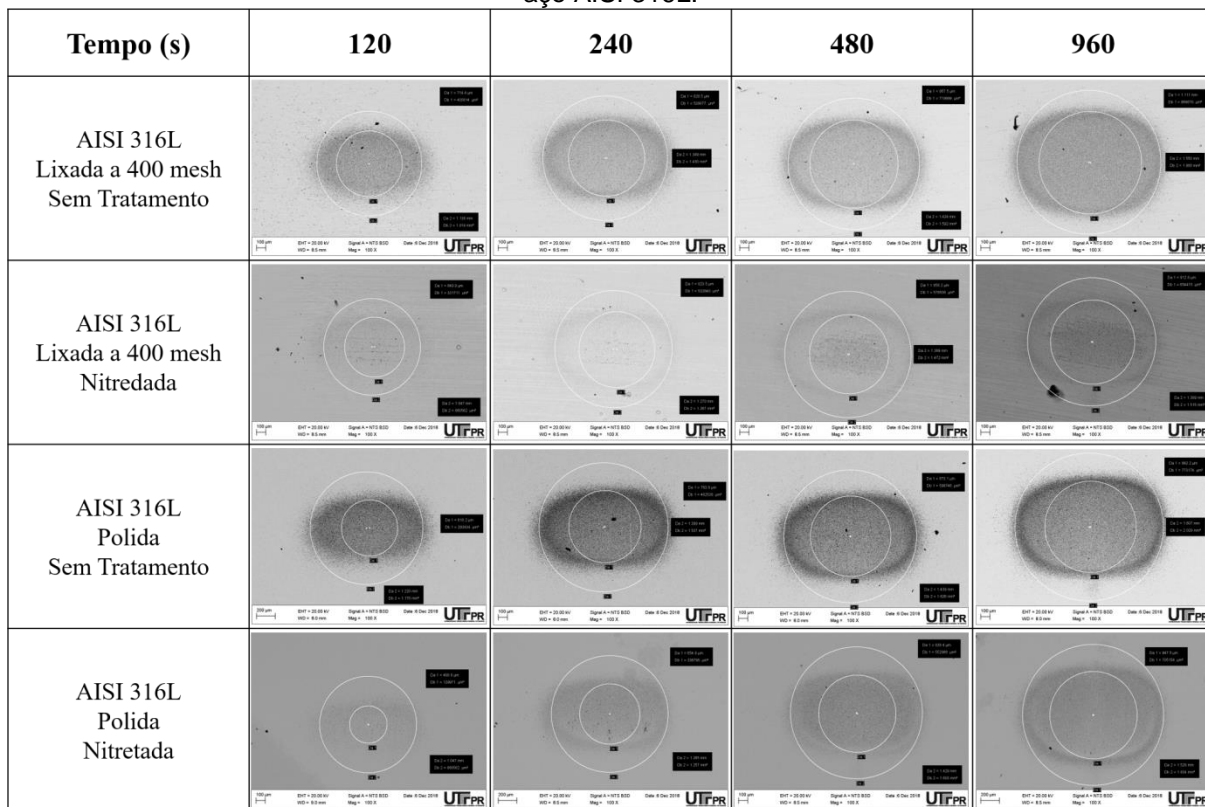
Figura 31 - Micrografias obtidas por MEV das calotas formadas durante o ensaio de desgaste para o aço AISI 304



Fonte: Autoria própria (2019)

Observa-se uma redução gradativa do coeficiente de desgaste para os aços nitretados ao longo do tempo até assemelhar-se as amostras sem tratamento. Esse mesmo efeito já foi descrito por Oliveira (2005), que estudou a influência da nitretação a baixa temperatura (400°C) na resistência ao desgaste do aço AISI 316L e por Soares *et. al.* (2019) que avaliaram as propriedades mecânicas do AISI 304 após tratamento de nitretação a 400°C. Em ambos os trabalhos os autores atribuem essa aceleração do desgaste devido à redução da espessura da camada nitretada e início do substrato do material que possui menor dureza. Em um instante de tempo superior a 140 segundos o ensaio pode produzir uma penetração maior que a espessura da camada de austenita expandida resultante do tratamento, ocasionando uma interferência na medida do coeficiente de atrito uma vez que este coeficiente será associado não mais somente à camada nitretada, mas também ao substrato da amostra.

Figura 32 - Micrografias obtidas por MEV das calotas formadas durante o ensaio de desgaste para o aço AISI 316L.



Fonte: Autoria própria (2019)

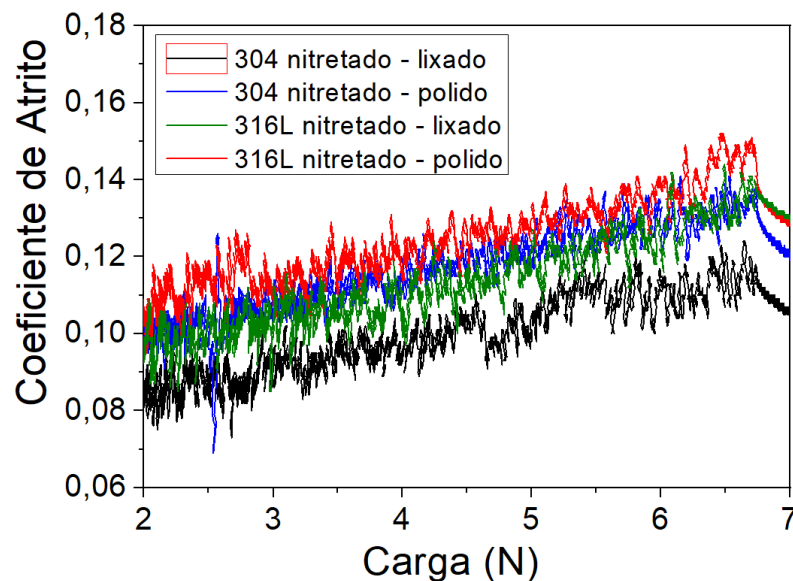
Reis *et. al.* (2019) estudaram o comportamento do aço inoxidável austenítico ISO 5832-1 (similar ao AISI 316L, para aplicações biomédicas) nitretado por plasma à 400 °C durante três horas. Os ensaios de microabrasão por esfera livre dos autores identificaram que para o menor tempo estudado (660 s) ocorreu uma penetração maior que a espessura da camada obtida no tratamento e para maiores tempos de ensaio ocorreu uma tendência do crescimento das calotas atingir taxas próximas ao material em seu estado de fornecimento. O mesmo pode-se ser observado na Figura 31 e na Figura 32, onde as calotas formadas passam a assemelhar-se ao material não tratado.

Apesar do coeficiente de desgaste (k) ser ligeiramente maior para as amostras lixadas de ambos os aços, pode-se observar nas micrografias calotas menos evidentes para as amostras lixadas comparadas as polidas. Esse efeito sugere que os valores de coeficiente de desgaste para as amostras lixadas foram maiores devido à quebra dos picos de rugosidade presentes das amostras, entretanto, o material desgastado é deslocado para os vales adjacentes, podendo ocorrer adesão dessas asperezas, conferindo a superfície uma resistência à formação da calota desgastada.

4.7 ENSAIO DE RISCAMENTO

Para avaliar a resistência da camada nitretada as amostras foram submetidas a ensaio de riscamento, a fim de obter o ponto crítico de falha do material. A Figura 33 apresenta a variação do coeficiente de atrito em relação à carga aplicada durante o ensaio.

Figura 33 - Coeficiente de atrito para uma variação de carga de 2N a 8N, para as mostras tratadas por meio de nitretação dos aços AISI 304 e AISI 316L com acabamento polido e lixado à 400 mesh

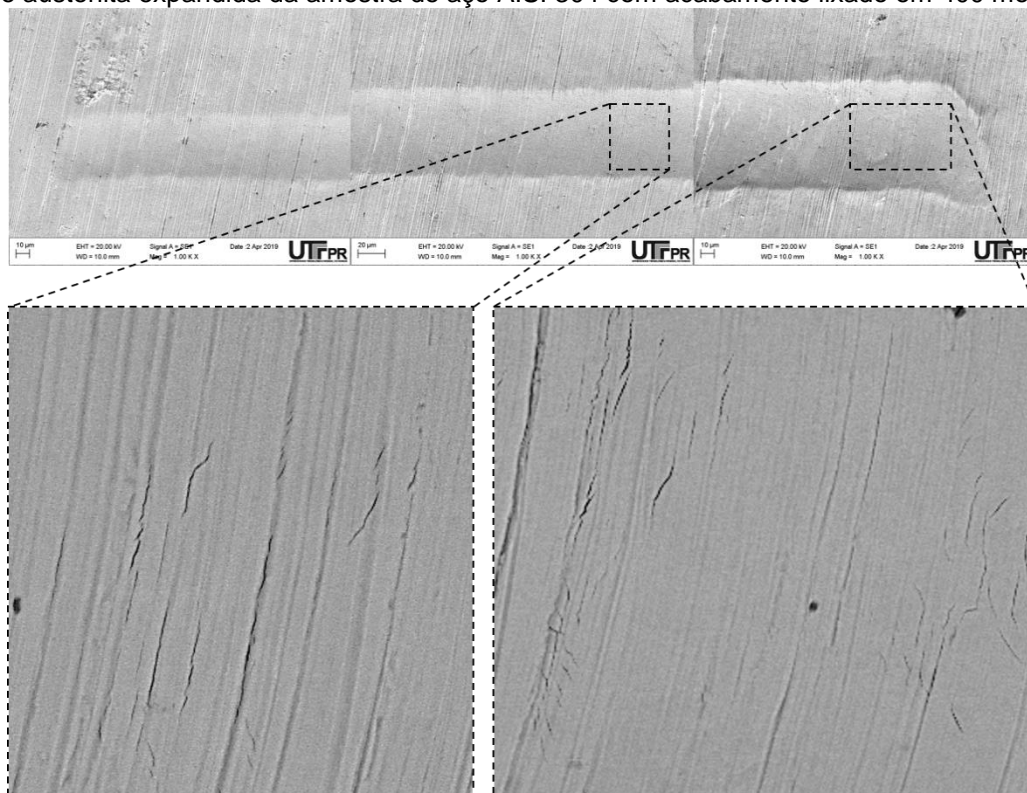


Fonte: Autoria própria (2019)

Observam-se na Figura 33 que o coeficiente de atrito referente às amostras com acabamento lixado é maiores que os valores obtidos para as amostras polidas. Isso ocorre devido à aspereza presente no material lixado, em outras palavras, os picos de rugosidade da superfície exercem maior resistência ao movimento indentador. Como uma superfície polida possui menores picos de rugosidade a resistência ao movimento do indentador também deve ser menor.

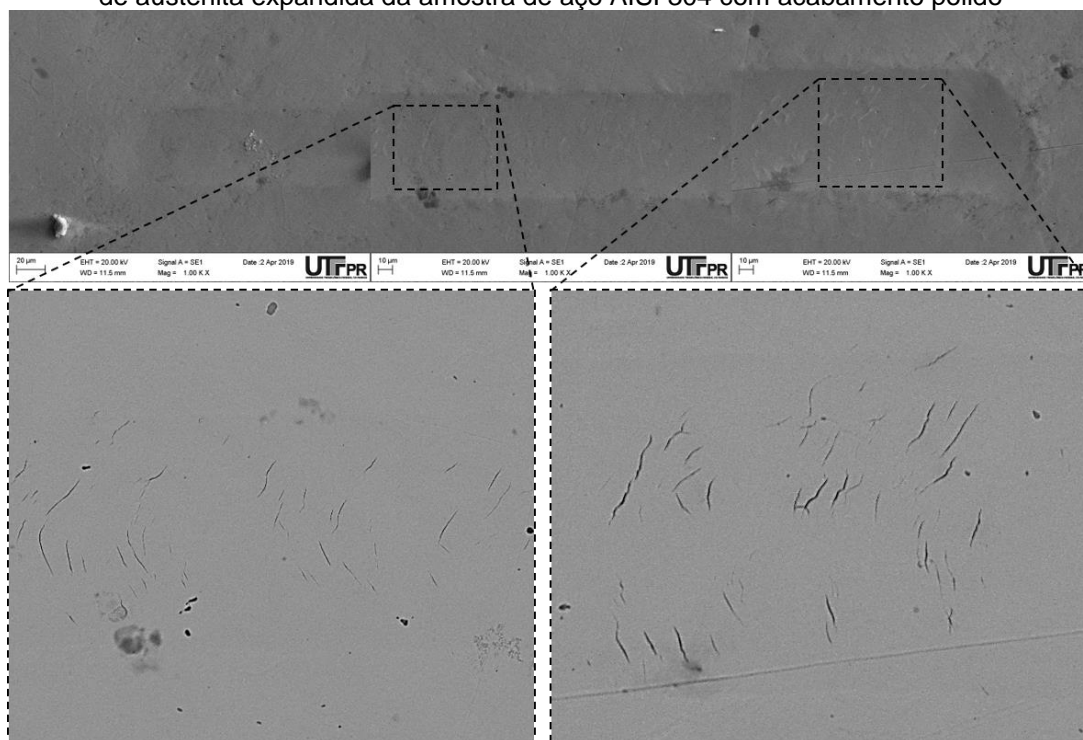
Os riscos também foram documentados por meio de microscopia eletrônica de varredura e são apresentados na Figura 34, Figura 35, Figura 36 e Figura 37, nas posições de início do risco, na região em que as primeiras trincas na camada começam a aparecer e no final do risco.

Figura 34 - Microscopia do início, zona de carga crítica e final dos riscos produzidos sobre a camada de austenita expandida da amostra de aço AISI 304 com acabamento lixado em 400 mesh



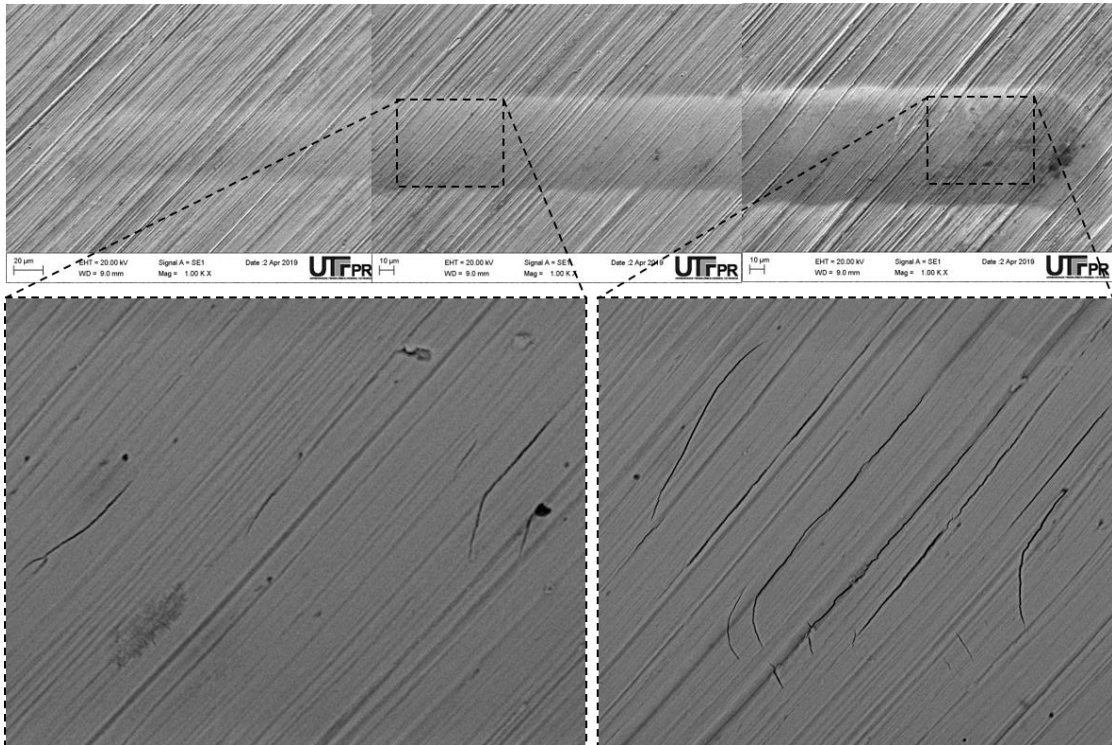
Fonte: Autoria própria (2019)

Figura 35 - Microscopia do início, zona de carga crítica e final dos riscos produzidos sobre a camada de austenita expandida da amostra de aço AISI 304 com acabamento polido



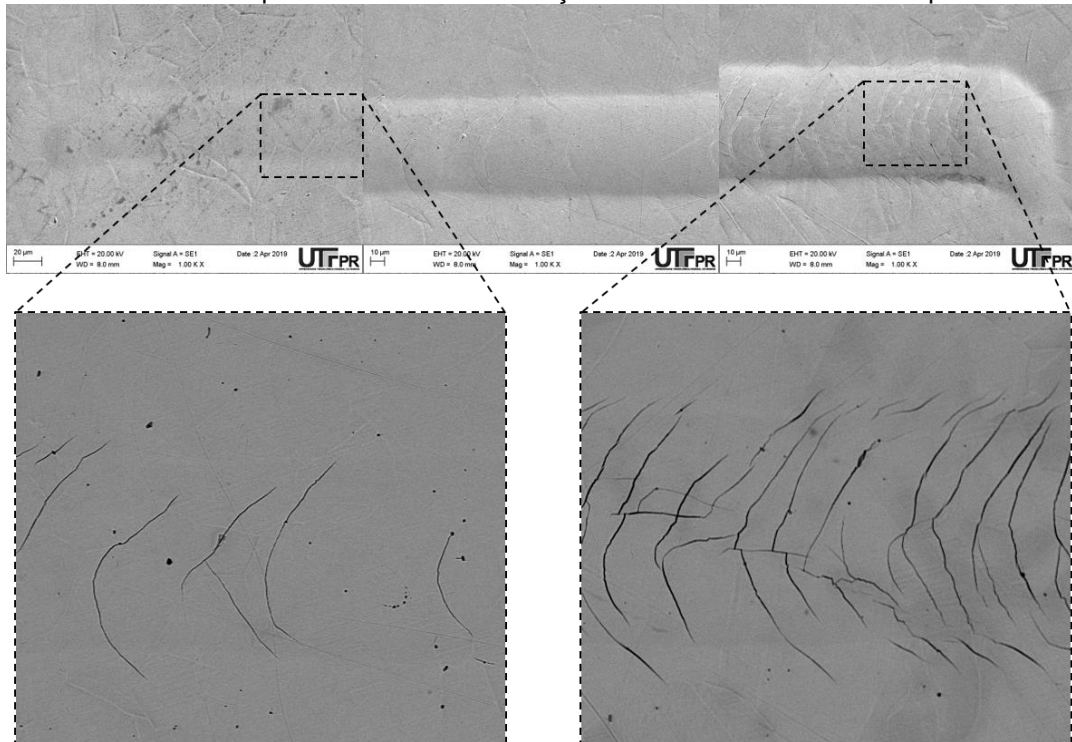
Fonte: Autoria própria (2019)

Figura 36 - Microscopia do início, zona de carga crítica e final dos riscos produzidos sobre a camada de austenita expandida da amostra de aço AISI 316L com acabamento com acabamento lixado em 400 mesh



Fonte: Autoria própria (2019)

Figura 37 - Microscopia do início, zona de carga crítica e final dos riscos produzidos sobre a camada de austenita expandida da amostra de aço AISI 316L com acabamento polido



Fonte: Autoria própria (2019)

As forças normais relativas a cada uma das posições indicadas como crítica foram relacionadas na Tabela 20. A força normal das regiões onde iniciam as trincas na camada é denominada força normal crítica.

Tabela 20 - Posições da zona crítica e a força normal atuante.

Material	Zona Crítica Aproximada (mm)	Força Crítica (N)
AISI 304 LN	3,8	6,2
AISI 304 PN	2,6	4,2
AISI 316L LN	2,8	4,5
AISI 316L PN	1,9	3

Fonte: Autoria própria (2019)

Observa-se na Tabela 20 que os aços com acabamento lixado obtiveram melhores resultados quando comparados ao acabamento polido para o mesmo material avaliado. Considerando que os resultados obtidos de dureza e espessura de camada de austenita expandida para os acabamentos lixado e polido de um mesmo material foram similares, os resultados apresentados após o ensaio de riscamento sugerem uma contribuição da rugosidade para o aumento da resistência ao riscamento do material.

Para a amostra do aço AISI 316L com acabamento polido, pode-se concluir também, uma possível fragilização da fase formada por austenita expandida, visto que foram observadas trincas logo no início do riscamento, situação oposta ao que ocorre para as demais amostras onde a superfície aparece visivelmente deformada.

5 CONCLUSÃO

Os resultados desta pesquisa apresentaram a influência da rugosidade no desgaste de amostras de aço austenítico AISI 304 e AISI 316L, nitretados a plasma á baixas temperaturas, para uso em biomateriais. O tratamento de nitretação a plasma foi eficaz na promoção de maior resistência ao desgaste, visto que todas as amostras apresentaram aumento na dureza após tratamento de no mínimo 20%. As pequenas discrepâncias apresentadas na perfilometria após o tratamento a plasma não apresentaram influencia para o desempenho da amostras, tão pouco, foi observado ganhos diferentes nas propriedades mecânicas do material provenientes da rugosidade. As amostras de aço AISI 304 apresentaram melhor desempenho quando comparado aos resultados das amostras de AISI 316L, isso porque a camada nitretada das amostras de AISI 316L não foi uniforme e, portanto, a região analisada nos ensaios foi a de menor espessura de camada e dureza (anel de erosão dois). As amostras lixadas tendem a iniciar com um coeficiente de desgaste maior que as amostras polidas, provavelmente o abrasivo tenha arrancado as asperezas com maior facilidade, porém para uma carga normal aplicada as amostras lixadas obtiveram um melhor desempenho quando comparada as amostras polidas, uma vez que a carga crítica para as superfícies ásperas foi cerca de 30% maior que a obtida para superfície polida. O desempenho das amostras diante os ensaios de desgaste e riscamento são compatíveis a sua aplicação se considerar-se um dos casos de artroplastias apresentadas.

REFERÊNCIAS

AFONSO, A. D. S. **Interacção entre os biomateriais e o tecido ósseo**. Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto, Portugal. Dissertação (Doutorado em Medicina Dentária), pp. 213, 1998.

ALLSOPP D. N., Trezona R. I. y Hutchings I. M. **The effects of ball surface condition in the micro-scale abrasive wear**. Publicação periódica: Tribology Letters, 1998. - 259–264.

ALVES, J. C. **Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações**. Natal: EDUFRN, 2001.

ALVES, J. C. **Nitretação em plasma pulsado**. Dissertação (Doutorado em Engenharia dos Materiais) – Universidade Federal de São Carlos. São Carlos, 2000.

AMARANTE, E. S.; LIMA, L. A. D. **Otimização da superfície dos implantes: plasma de titânio e jateamento com areia condicionado por ácido – estado atual**, *Pesqui Odontol Bras*. Vol. 15, nº02, pp. 166-173, 2001.

ARAUJO, T. L.; COUTO, A. A. **Estudo do aço inoxidável aplicado como implante ortopédico**. Universidade Presbiteriana Mackenzie. <https://www.researchgate.net/publication/267237207> Acessado em:06/06/2019

ATHAYDE, J. N. **Dispositivos oscilatório para avaliação tribológica em biomateriais, utilizando tribometro linear**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Paraná (UFPR). Curitiba, 2015.

BALLES, Antonio C. **Nitretação a plasma como meio alternativo ou complementar à oxidação negra na proteção à corrosão do aço de baixo carbono**. Dissertação (Pós-Graduação em Engenharia dos Materiais) – Universidade Federal do Paraná (UFPR). Curitiba, 2004.

BARCELOS, F. S. **Caracterização e estudo de desgaste em próteses totais de joelho**. Dissertação de Mestrado - Universidade de Brasília. Faculdade UnB Gama. Programa de Pós-Graduação em Integridade de Materiais da Engenharia, Distrito Federal, 2016.

BRÄNEMARK; P. I. **Tissue-Integrated Prostheses**, Quintessence Publishing. Pp. 99 – 116, 1986.

BRÄNEMARK, P. I. **The Journal Prosthetic Dentistry**. Vol. 70, nº03, 1985.

BRANDÃO, M. L.; ESPOSTI, T. B. D.; BISOGNIN, E. D.; HARARI, N. D.; VIDIGAL JUNIOR, G. M.; CONZ, M. B. **Superfície dos implantes osseointegrados X resposta biológica**. Revista Implantnews. Vol. 7, pp. 95-101, 2010.

BOSCHI, A. O. **O que é necessário para que um material possa ser considerado um biomaterial.** Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia, Anais São Paulo, pp. 43-57, 1996.

CALLISTER, W.D., RETHWISCH. D.G., **Ciência e engenharia de materiais. Uma introdução**, 9º ed, 2016.

CAMPOS, M.; OLZON-DIONYSIO, M.; DE SOUZA, S. D.; DE SOUZA, S.; KAPP, M. S. V. **Estudos de halos em amostras de aço inoxidável 316L nitretadas a plasma**, *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*. Vol. 27, nº 03, pp. 157 – 160, 2008.

CHARLES, J. **Duplex stainless steels, a review after DSS'07 held in Grado.** La Revue de Métallurgie. Vol. 105, pp. 155-171, 2008.

COELHO G. B. y Silva W. M. **Análise de microabrasão em aços inoxidáveis supermartensíticos.** Publicação periódica, Uberlândia, Universidade Federal de Uberlândia, 2015.

COUPART, G. **Perspectiva para o mercado brasileiro de saúde em 2018.** Global Health Intelligence, 2018. Disponível em:
< https://www.olympus-ms.com/pt/knedge/metrology/roughness/3d_parameter/>
Acesso em: 14 de novembro de 2019.

CZERWIECK, T., HE, H., WEBER, C. D., MICHEL, H. **On the occurrence of dual diffusion layers during plasma-assisted nitriding of austenitic stainless steel.** *Surface & Coatings Technology* 200, pp. 5289–5295, 2006.

DAVIES, J.R. **Handbook of Materials for Medical Devices. Metallic materials.** ASM International, Materials Park, Ohio, pp. 21–67, 2003.

EUROINOX THE EUROPEAN STAINLESS STEEL DEVELOPMENT ASSOCIATION, **Stainless steel: Tables of Technical Properties.** Materials and application series, Vol. 5, Luxemburgo, 2007.

FARIA, P. E. P.; CARVALHO, A. L.; FELIPUCCI, D. N. B., WEN, C.; SENNERBY, L.; SALATA, L. A. **Bone formation following implantation of titanium sponge rods into humeral osteotomies in dogs: A histological and histometrical study**, *Clin. Implant. Dent. Relat. Res.* Vol. 12, nº01, pp. 72-79, 2010.

GALO, Rodrigo. **Efeito da tribocorrosão em materiais metálicos odontológicos.** Tese (Doutorado em Reabilitação Oral) – Universidade de São Paulo. Ribeirão Preto, 2008.

GEMELLI, E. **Corrosão de Materiais Metálicos e sua Caracterização**. Livros Técnicos e Científicos. Rio de Janeiro, pp. 65-79, 2001.

GOMES, L. S. M. **O Quadril**. Editora: Atheneu. 2010.

GONTIJO, L. C.; MACHADO R.; CASTELLETTI L. C.; KURI S. E.; NASCENTE P. A. P.; **Comparação entre o comportamento dos aços inoxidáveis AISI 304L e AISI 316L nitretados a plasma, Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**. Vol. 26, nº 03, pp. 145 – 150, 2007.

HAMDY, A. S.; MARX B.; BUTT D.; **Corrosion behavior of nitride layer obtained on AISI 316L stainless steel via simple direct nitridation route at low temperature, Materials Chemistry and Physics**. Vol. 126, pp. 507 – 514, 2011.

HERAS, E. D. L.; YBARRA, G.; LAMAS, D.; CABO, A.; DALIBON, E. L.; BRÜHL, S. P. **Plasma nitriding of 316L stainless steel in two different N₂-H₂ atmospheres - Influence on microstructure and corrosion resistance, Surface & Coatings Technology**. Vol. 313, pp. 47 – 54, 2017.

ISO 26424 . - [s.l.] : Technical committee ISO/TC206, 2016.

JASON, W. R.; PAUL, L. W.; CANDACE, H. S. **Metallosis and Metal-Induced Synovitis Following Total Knee Arthroplasty: Review of Radiographic and CT Findings**. J Radiol Case Rep. 2010; 4 (9): 7-17.

JOSSO, Bruno; BURTON, David R.; LALOR, Michael J. **Frequency normalised wavelet transform for surface roughness analysis and characterisation**. Wear, v. 252, n. 5, p. 491-500, 2002.

JUNIOR MEDEIROS, W. B. **Avaliação numérica e experimental do desgaste de próteses de quadril metal-polietileno**. Tese de doutorado (Pós-Graduação em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis, 2016.

KHAN, R. J.; WIMHURST, J.; FOROUGH, S.; TOMS, A. **The natural history of metallosis from catastrophic failure of a polyethylene liner in a total hip. J Arthroplasty**. 2009 Oct; 24 (7): 1144

KORUDA, D.; HIROMOTO, S.; HANAWA, T.; KATADA, Y. **Corrosion behaviour of nickel-free high nitrogen austenitic stainless steel in simulated biological environments, Materials Transactions**. Vol. 43, nº 12, pp. 3100-3104, 2002.

LI, C. X.; BELL, T. **Corrosion properties of active screen plasma nitrided 316 austenitic stainless steel, Corrosion Science**. Vol. 46, pp. 1527-1547, 2004.

LOTHONGKUM, G.; et al. **Effect of nitrogen on corrosion behavior of 28Cr–7Ni duplex and microduplex stainless steels in air-saturated 3.5wt% NaCl solution.** Corrosion Science. Vol. 48, pp. 137-153, 2006.

LYMAN, D.J., SEARE, Jr., W.J., **Biomedical materials in surgery, Materials Science**, Vol. 4, pp. 415-433, 1974.

MONTEIRO, F.J.; RONÁN, J.S. **Biomateriales: Introduccion Y Desarrollo Histórico.** Biomateriales Editora Faenza Iberica S.L. Florencia, Itália, 2004.

NAGEM FILHO, H.; FRANCISCONI, P. A. S.; CAMPI JUNIOR, L.; FARES, N. H.; **Influência da textura superficial dos implantes, Revista Odonto Ciência – Fac. Odonto PUCRS.** Vol. 22, nº 55, 2007.

OLYMPUS. Parametros de rugosidade (3D). Disponível em: < https://www.olympus-ims.com/pt/knedge/metrology/roughness/3d_parameter/ > Acesso em: 18 de novembro de 2018.

OLIVEIRA, L. S. A. F. *et. al.* **Biomateriais com aplicação na regeneração óssea – método de análise e perspectivas futuras, Revista de Ciências Médicas e Biológicas.** Vol. 9, pp. 37-44, 2010.

OLIVEIRA, L. A. **Estudo da Sinterização do aço inox 316L reforçado com 3% carbeto de tântalo – TaC.** Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal-RN. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais). pp. 69, 2008.

OLIVEIRA JUNIOR, R. B. **Avaliação do Efeito de Modificações Superficiais a Plasma no Desempenho do Aço AISI 316 Frente ao Desgaste e Corrosão.** Tese (Doutorado em Engenharia de Superfícies) – Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2011.

OLIVEIRA, L. F. *et. al.* **Desgaste do aço ASTM M2 Nitretado a Plasma com Tela Ativa.** Centro de eventos do hotel continental Porto Alegre-RS, outubro 4 – 6, 2017.

OLIVEIRA, M. A. **Nitreção e carbonitreção por plasma em aços inoxidáveis e suas influências nas resistências à corrosão e ao desgaste.** Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais) – Interunidades Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo. São Carlos, 2005.

OUTOKUMPU HIGH PERFORMANCE STAINLESS STEEL. **Handbook of stainless steel.** Finlândia, 2013.

PARK, J., LAKES, R. S. **Biomaterials: an introduction - Third Edition.** New York: Springer Science & business media. pp. 75, 2007.

PARK, J., BRONZINO, J. D. **Biomaterials, principles and applications.** [SI]: CRC Press, 2002.

PAUL, S.; et al. **Biocompatibly Coated 304 Stainless Steel as Superior Corrosion-Resistant Implant Material to 316L Steel.** Journal of Materials Engineering and Performance. Vol. 2, pp. 3147- 3153, 2013

PLASMAR. Parede Quente X Parede Fria: Diferenças. Disponível em: <<http://www.plasmartecnologia.com.br/assets/conteudo/midias/plasmar-explicaparede-quente521b6055896f5.pdf>> Acesso em: 08 de maio de 2019.

RATNER, B. D., HOFFMAN, A. S., SCHOEN, F. J., LEMOS, J. E. **Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine.** Elsevier Academic Press. 2^o ed., 2004.

REIS, R. F., JUNIOR, J. L. T., CARDOSO, R. P., MAFRA, M. **Obtenção de austenita expandida (fase S): Nitretação por plasma em baixa temperatura x SHTPN – Parte 3.** Matéria (Rio J.), vol. 24 n^o1, Rio de Janeiro, 2019

RAMAN, S. G. S.; JAYAPRAKASH, M. **Influence of plasma nitriding on plain fatigue and fretting fatigue behaviour of AISI 304 austenitic stainless steel, Surface & Coatings Technology.** Vol. 201, pp. 5906 – 5011, 2007.

RECCO, A. A. C.; MONSORES, S. D. O.; SACHSIDA, M. F. **Nitretação por plasma de aço inoxidável AISI 304: estudo da influência da atmosfera de tratamento na microestrutura da camada, Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo.** Vol. 36, n^o 02, pp. 64 – 67, 2017.

REIS, F. R.; JUNIOR TONELLA, J. L.; CARDOSO, R. P.; MAFRA, M. **Obtenção de austenita expandida (fase S): Nitretação por plasma em baixa temperatura x SHTPN – Parte 3.** Vol. 24, n^o 01, Rio de Janeiro, 2019.

ROLAND, T.W. **Stainless steel mixes with improved performance.** North American Hoganas, Inc, Hollsopple, pp. 1 - 12, 2014.

SANTOS, C. B. **Desenvolvimento de um novo sistema de medidas de tribocorrosão.** Dissertação (Doutorado em Engenharia dos Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2006.

SECOAM. **Disfunção Temporomandibular (DTM) e Dor Orofacial,** 2017. Disponível em: <<http://secoam.com.br/cirurgia-de-atm.html>.> Acesso em: 13 junho 2018.

SILVA, J.C. **Estudos comparativos de Superfícies de Implantes, Anais do 2º. Congresso Internacional da ABO**, 2003.

SILVA, F. L. S. *et. al.* **Caracterização topográfica tridimensional de titânio poroso, Braz J. Periodontal**. Vol. 21, pp. 65-69, 2011.

SILVA, E. F.; OLIVEIRA, F. C. **Caracterização química e metalográfica dos aços inoxidáveis de implantes removidos de pacientes**, Acta ortop. bras. vol.19 nº.5 São Paulo 2011.

SILVA, E. H.; CAMPOS, M.; SOUZA, S. D.; DYONISIO, M. O.. **Influência da pressão em propriedades de amostras nitretadas a plasma do aço inoxidável AISI 316L usado como biomaterial**. Revista Brasileira de Aplicações de Vacuo, Vol. 31, Num.1-2, pp.11-17, 2012.

SOARES, L. A. S.; ALMEIDA, L. S.; PAVANI, R. R.; ROSSINO; L., S.; MANFRINATO, M. D. **Influência da nitretação a plasma na resistência ao microdesgaste abrasivo e na corrosão cíclica do AISI 304**. <<https://www.researchgate.net/publication/333144811>> Acesso em: 05 junho 2019.

SOUZA, D. A. *et al.*. **Nitretação a plasma dos aços inoxidáveis AISI 304L e AISI 316L: Efeito do tempo na formação da fase S e dos nitretos de cromo**. Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, Vol. 28, Num. 3-4, pp. 39-43, 2009.

SPHAIR, A. C. **Nitretação por plasma de aço inoxidável austenítico com fluxo pulsado de nitrogênio**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica e dos Materiais) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Curitiba, 2017.

SUH, N. P. **An overview of the delamination theory of wear**. Department of Mechanical Engineering, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, Mass. 02139 U.S.A, 1977.

TALHA M.; BEHARA, C. K.; SINHA, O. P. **A review on nickel-free nitrogen containig austenitic stainless steels for biomedical applications. Mateirals Science and engineering**, pp. 33, 2013.

TAVARES, J. M. R. S. **Indicação dos Estados de Superfície**. CEFAC, 2012.

TROMMER, R. M.; MARU, M. M. **Importância da avaliação pré-clínica do desgaste em projetos de implantes de quadril usando máquinas simuladoras**, Revista Brasileira de Ortopedia. Vol. 52, nº03, pp. 251-259, 2017.

VILLAMIL, R. F. V.; *et al.* **Aços inoxidáveis em implantes ortopédicos: fundamentos e resistência à corrosão**. Revisão Brasil Ortop. Vol. 37, pp. 471- 476, 2011.

VILLAMIL, R. F. V.; et al. **Estudo eletroquímico comparativo do aço ISO 5832-9 em diferentes meios de interesse biológico.** R. Esc. Minas. Vol. 63, pp. 167- 172, 2010.

WANG, S.; CAI, W.; LI, J.; WEI, W.; HU, J. **A novel rapid D.C. plasma nitriding at low gas pressure for 304 austenitic stainless steel, Materials Letters.** Vol. 105, pp. 47 – 49, 2013.

WANG, J.; XIONG, J.; PENG, Q.; FAN, H.; WANG, Y.; LI, G.; SHEN, B.. **Mater Charact.** Ed. 60, pp. 197-203, 2009.

XAVIER, H. S. **Análise por perfilometria e tomografia de coerência óptica da rugosidade superficial e do desgaste do esmalte bovino microabrasionado.** Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica da Saúde) – Universidade Federal do Espírito Santo. Vitória, 2011.

XAVIER, H. S.; SANGLARD, L. F.; SILVA, F. J.; BALDI, M. P.; RABELO, N. S. **Análise perfilométrica digital 3D da rugosidade superficial do esmalte bovino microabrasionado por diferentes pontas. Revista Científica Faesa.** Vol. 8; nº1; pp. 07-15. Vitória – ES, 2012.

ZANELLA, I. G. **Influência da potência a plasma nas características da superfície do aço inoxidável martensítico AISI 420 nitretado a baixa temperatura.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Paraná (UFPR). Curitiba, 2018.

ZUM GAHR, K.; **Microstructure and Wear of Materials.** Tribology series, Elsevier, vol. 10, 1987.

FAVORIT. **Composição química dos aços inox AISI316 e inox AISI316L,** 2015. Disponível em: <<http://www.favorit.com.br/produtos/acos-inoxidaveis/aco-aisi-316-aisi-316-> l> Acesso em: 10 março 2018.

FAVORIT. **Composição química dos aços inox AISI304 e inox AISI304L,** 2015. Disponível em: <<http://www.favorit.com.br/produtos/acos-inoxidaveis/aco-aisi-304-aisi-304-> l> Acesso em: 10 março 2018.