

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ**

**DANIEL DE OLIVEIRA MESQUITA**

**GUSTAVO FONSECA COPPLA**

**ATAQUE BÁSICO COMO UMA ESTRATÉGIA DE MODIFICAÇÃO DA  
SUPERFÍCIE DO TI CP E DA LIGA TI-6AL-4V PARA APLICAÇÕES COMO  
BIOMATERIAIS**

**PONTA GROSSA**

**2022**

**DANIEL DE OLIVEIRA MESQUITA  
GUSTAVO FONSECA COPPLA**

**ATAQUE BÁSICO COMO UMA ESTRATÉGIA DE MODIFICAÇÃO DA  
SUPERFÍCIE DO TI CP E DA LIGA TI-6AL-4V PARA APLICAÇÕES COMO  
BIOMATERIAIS**

**Basic etching as a strategy to improve the surface modification of CP Ti and Ti-  
6Al-4V for applications as Biomaterials**

Trabalho de conclusão de curso de graduação  
apresentado como requisito para obtenção do título de  
Bacharel em Engenharia Mecânica da Universidade  
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).  
Orientadora: Profa. Dra. Rozane de Fátima Turchiello  
Gómez.

**PONTA GROSSA  
2022**



Esta licença permite compartilhamento, remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, mesmo para fins comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es). Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

**DANIEL DE OLIVEIRA MESQUITA  
GUSTAVO FONSECA COPPLA**

**ATAQUE BÁSICO COMO UMA ESTRATÉGIA DE MODIFICAÇÃO DA  
SUPERFÍCIE DO Ti CP E DA LIGA Ti-6Al-4V PARA APLICAÇÕES COMO  
BIOMATERIAIS**

Trabalho de conclusão de curso de graduação  
apresentado como requisito para obtenção do título de  
Bacharel em Engenharia Mecânica da Universidade  
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: 28/novembro/2022

---

Profa. Dra. Rozane de Fátima Turchiello Gómez  
Doutorado  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

---

Prof. Me. Celso Gonçalves de Quadros  
Mestrado  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

---

Prof. Dr. Anderson Geraldo Marena Pukasiewicz  
Doutorado  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

**PONTA GROSSA  
2022**

Dedicamos este trabalho às nossas famílias, pelos  
momentos de ausência.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradecemos a nossa orientadora Profa. Dra. Rozane de Fátima Turchiello Gómez, pela sabedoria com que nos guiou nesta trajetória.

Às nossas famílias por todo o apoio prestado em momentos de dificuldade.

Ao mestrando Cristiano Ribas Fidelix por seu auxílio em nosso trabalho.

Ao Laboratório Multiusuário C<sup>2</sup>MMa da Universidade Tecnológica Federal do Paraná campus Ponta Grossa pelos ensinamentos e apoio prestados.

À Universidade Tecnológica Federal do Paraná campus Ponta Grossa pelas oportunidades oferecidas na realização do presente trabalho.

E, a todos os que de algum modo contribuíram para a realização desta pesquisa.

“No que diz respeito ao empenho, ao compromisso, ao esforço, à dedicação, não existe meio termo. Ou você faz uma coisa bem feita ou não faz.”  
(Ayrton Senna)

## RESUMO

Historicamente, os biomateriais são utilizados para melhorar a qualidade de vida das pessoas. Seja na confecção de próteses, implantes, lentes de contato, marca-passos ou em qualquer aplicação no seu vasto campo de uso, a busca pelo melhor biomaterial é constante. Cada biomaterial possui propriedades específicas para uso e o titânio destaca-se principalmente ao ser utilizado na confecção de implantes e próteses. Além do titânio comercialmente puro, a liga de Ti-6Al-4V tornou-se uma interessante alternativa devido às suas características pouco reativas em ambiente biótico, facilidade de formação de hidroxiapatita na sua superfície, bem como bons índices de resistência mecânica e à corrosão. No entanto, ainda assim, tratamentos adicionais no metal são indicados para aumentar as chances de sucesso dos implantes e próteses. Diversas técnicas são utilizadas para potencializar as propriedades mecânicas do material e facilitar a adesão osso-implante. É o caso do ataque básico, tratamento que visa aumentar a rugosidade superficial do metal, criando maior superfície de contato e intensificando a formação de hidroxiapatita e de proteínas ligantes. Esse estudo visa caracterizar quimicamente o titânio comercialmente puro e a liga Ti-6Al-4V e analisar a influência que o tempo de exposição e a temperatura possuem na modificação superficial do metal e de sua liga por meio do ataque básico com NaOH (5 M). Para o presente trabalho, a temperatura utilizada foi 25 °C e exposição de 6 horas, 14 horas, 24 horas e 137 horas. Além desta temperatura, também foi utilizado a temperatura de 80 °C e tempo de exposição de 1 hora, 2 horas e 3 horas. Na caracterização foi utilizada a técnica de microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e perfilometria para análise da rugosidade superficial e foi utilizado o sensor de espectroscopia por energia dispersiva para caracterização da composição química do material utilizado. Os resultados obtidos demonstram que a realização do ataque básico gera rugosidade superficial ( $S_a$ ), medida pelo perfilômetro, chegando a valores de 0,679  $\mu\text{m}$  na amostra de Ti-6Al-4V que teve melhor resultado, sendo que os maiores parâmetros de rugosidade foram observados quando submetidos ao ataque à temperatura de 80 °C, e tempo de exposição de 2h. Para o titânio comercialmente puro, o melhor resultado foi obtido nas mesmas condições da liga (80 °C, por 2h), apresentando uma rugosidade superficial da ordem de 0,439  $\mu\text{m}$ .

Palavras-chave: titânio; Ti-6Al-4V; tratamento superficial; ataque básico.

## ABSTRACT

Historically, biomaterials have been used to improve people's quality of life. Whether in the manufacture of prostheses, implants, contact lenses, pacemakers or in any application in its vast field of use, the search for the best biomaterial is constant. Each biomaterial has specific properties for use and titanium stands out mainly when used in the manufacture of implants and prostheses. In addition to commercially pure titanium, the Ti-6Al-4V alloy has become an interesting alternative due to its low reactivity characteristics in a biotic environment, ease of formation of hydroxyapatite on its surface, as well as good mechanical and corrosion resistance indices. However, even so, additional treatments on the metal are indicated to increase the chances of success of implants and prostheses. Several techniques are used to enhance the mechanical properties of the material and facilitate bone-implant adhesion. This is the case with basic etching, a treatment that aims to increase the surface roughness of the metal, creating a larger contact surface and intensifying the formation of hydroxyapatite and binding proteins. This study aims to chemically characterize commercially pure titanium and the Ti-6Al-4V alloy and analyze the influence that the exposure time and temperature have on the surface modification of the metal and its alloy through basic attack with NaOH (5 M) . For the present work, the temperature used was 25 °C and exposure of 6 hours, 14 hours, 24 hours and 137 hours. In addition to this temperature, a temperature of 80 °C and exposure time of 1 hour, 2 hours and 3 hours were also used. In the characterization, the technique of optical microscopy, scanning electron microscopy and profilometry was used to analyze the surface roughness, and the energy-dispersive spectroscopy sensor was used to characterize the chemical composition of the material used. The results show that carrying out the basic attack generates surface roughness (Sa), measured by the profilometer, reaching values of 0.679  $\mu\text{m}$  in the Ti-6Al-4V sample that had the best result, and the highest roughness parameters were observed when submitted to attack at a temperature of 80°C, and exposure time of 2h. For commercially pure titanium, the best result was obtained under the same conditions as the alloy (80°C, for 2h), with a surface roughness of around 0.439  $\mu\text{m}$ .

Keywords: titanium; Ti-6Al-4V; superficial treatment; basic etching.



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Crescimento ósseo sobre a superfície porosa de um componente femoral de titânio .....	15
Figura 2 – Exemplo de propriedades mecânicas .....	19
Figura 3 – Microestruturas do titânio (aumento de 500x) .....	23
Figura 4 – Diagrama de fase da liga Ti-6Al com diferentes teores de vanádio..	26
Figura 5 - Micrografia do recobrimento obtido por eletroforese em implantes de Ti-6Al-4V.....	28
Figura 6 - MEV da chapa de Ti-6Al-4V recoberta pelo processo sol-gel .....	29
Figura 7 - Microscopia eletrônica de varredura do Ti-6Al-4V após duplo ataque ácido.....	31
Figura 8 – Microscópio óptico e perfilômetro, pré e pós ataque ácido na liga Ti-6Al-4V .....	32
Figura 9 – Microscopia eletrônica de varredura da liga de titânio e silício.....	33
Figura 10 – MEV da superfície da liga Ti-6Al-4V que sofreu ataque básico de KOH 5M e tratamento térmico posterior.....	34
Figura 11 – MEV da superfície do Ti CP .....	35
Figura 12 – Resultado do EDS .....	46
Figura 13 – MO das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 50x .....	47
Figura 14 – MO das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 100x .....	48
Figura 15 – MO das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 50x .....	48
Figura 16 – MO das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 100x.....	49
Figura 17 – MEV das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 1000x.....	50
Figura 18 – MEV das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 2000x.....	51
Figura 19 – MEV das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 5000x.....	52
Figura 20 – MEV das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 1000x.....	53
Figura 21 – MEV das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 2000x.....	54
Figura 22 – MEV das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 5000x.....	55
Figura 23 – Perfilometria das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C .....	56
Figura 24 – Perfilometria das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C .....	57
Figura 25 – MO das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 50x .....	58
Figura 26 – MO das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 100x .....	59
Figura 27 – MO das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 50x .....	59

Figura 28 – MO das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 100x.....	60
Figura 29 – MEV das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 1000x.....	61
Figura 30 – MEV das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 2000x.....	62
Figura 31 – MEV das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 5000x.....	63
Figura 32 – MEV das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 1000x.....	64
Figura 33 – MEV das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 2000x.....	65
Figura 34 – MEV das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 5000x.....	66
Figura 35 – Perfilometria das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C .....	67
Figura 36 – Perfilometria das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C .....	68
Fotografia 1 - Guilhotina Clark Machine TG 256.....	36
Fotografia 2 – Cortadeira de precisão Buehler Isomet 4000 .....	37
Fotografia 3 – Lixadeira e politriz semiautomática Buehler Beta .....	38
Fotografia 4 – Suportes de alumínio .....	38
Fotografia 5 – Lixas utilizadas no processo de preparação das amostras.....	39
Fotografia 6 – Tubos de ensaio utilizados durante o ataque básico .....	40
Fotografia 7 – Agitador magnético com aquecimento CE-1540/115.....	41
Fotografia 8 – Microscópio Eletrônico de Varredura Vega 3.....	42
Fotografia 9 – Sensor EDS X-act.....	43
Fotografia 10 – Microscópio óptico A2.M.....	43
Fotografia 11 – Perfilômetro CCI Lite .....	44
Fotografia 12 – Amostras obtidas durante o experimento .....	45

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades mecânicas e sua importância na aplicação de um biomaterial .....	17
Tabela 2 – Propriedades mecânicas de algumas ligas .....	20
Tabela 3 - Metais e suas aplicações como biomateriais.....	21
Tabela 4 – Composição, propriedades mecânicas e aplicações de algumas ligas de titânio .....	22
Tabela 5 – Classificação do titânio de acordo com a concentração de soluto..	24
Tabela 6 – Propriedades mecânicas da liga Ti-6Al-4V e Ti CP grau 4 .....	25
Tabela 7 – Propriedades mecânicas da liga Ti-6Al-4V e Ti CP .....	26
Tabela 8 – Ataque básico das amostras em diferentes tempos de exposição e temperaturas, mantendo a concentração de NaOH a 5M .....	45
Tabela 9 – Rugosidade superficial das amostras Ti CP e Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C.....	57
Tabela 10 – Rugosidade superficial das amostras Ti CP e Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C.....	68

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>11</b>
<b>1.1</b>	<b>Objetivo geral</b> .....	<b>13</b>
1.1.1	Objetivos específicos.....	13
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>14</b>
<b>2.1</b>	<b>Biomateriais</b> .....	<b>14</b>
2.1.1	Definição de biomateriais .....	14
2.1.2	Biocompatibilidade dos biomateriais .....	14
2.1.3	Osteointegração e sua importância para os biomateriais .....	15
2.1.4	Processo de homologação de novos biomateriais .....	16
2.1.5	Propriedades mecânicas dos biomateriais .....	17
2.1.6	Tipos de biomateriais e suas aplicações .....	19
<b>2.2</b>	<b>Ligas de titânio</b> .....	<b>21</b>
2.2.1	Microestrutura das ligas de titânio .....	23
2.2.2	Classificação de ligas de titânio.....	24
2.2.3	Liga Ti-6Al-4V.....	24
<u>2.2.3.1</u>	<u>Propriedades mecânicas gerais da liga Ti-6Al-4V</u> .....	<u>25</u>
<u>2.2.3.2</u>	<u>Técnicas de recobrimento utilizadas na liga Ti-6Al-4V</u> .....	<u>27</u>
<u>2.2.3.3</u>	<u>Biocompatibilidade do titânio e suas ligas</u> .....	<u>29</u>
2.2.4	Alterações superficiais em implantes .....	30
<u>2.2.4.1</u>	<u>Ataque ácido como técnica de alteração superficial</u> .....	<u>31</u>
<u>2.2.4.2</u>	<u>Ataque básico como técnica de alteração superficial</u> .....	<u>32</u>
<b>3</b>	<b>METODOLOGIA EXPERIMENTAL</b> .....	<b>36</b>
<b>3.1</b>	<b>Preparação das amostras</b> .....	<b>36</b>
3.1.1	Corte das amostras .....	36
3.1.2	Lixamento superficial das amostras .....	37
<b>3.2</b>	<b>Ataque básico nas amostras</b> .....	<b>40</b>
<b>3.3</b>	<b>Caracterização das amostras</b> .....	<b>41</b>
3.3.1	MEV e EDS para caracterização .....	42
3.3.2	Microscopia óptica para caracterização superficial .....	43
3.3.3	Perfilometria para caracterização superficial .....	44
<b>4</b>	<b>RESULTADOS</b> .....	<b>45</b>
<b>4.1</b>	<b>Ataque básico nas amostras</b> .....	<b>45</b>
<b>4.2</b>	<b>Caracterização das amostras</b> .....	<b>46</b>

<b>4.3</b>	<b>Influência do tempo de exposição à temperatura de 80 °C .....</b>	<b>46</b>
<b>4.4</b>	<b>Influência do tempo de exposição à temperatura ambiente de 25 °C</b>	<b>58</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>70</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>71</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Substituir o tecido vivo é uma ideia tão antiga quanto a própria humanidade. Existem diversos relatos do uso de diversos biomateriais, como ouro, linho, conchas, madeira e até mesmo o intestino de animais, como gatos (PIRES; BIERHALZ; MORAES, 2015). Estes relatos se iniciam por volta do ano 2000 a.C., no Antigo Egito, passam por diversas civilizações, como os maias, romanos, chineses e astecas, e nos retornam ao século passado, onde foram impulsionados os estudos acerca de biomateriais existentes e o desenvolvimento de novos biomateriais para uso médico.

Economicamente, o comércio de biomateriais tem crescido de forma exponencial. Durante os anos 2000, os biomateriais movimentaram cerca de 23 bilhões de dólares no mercado mundial e projeções sugerem que eles devem movimentar cerca de 47,5 bilhões de dólares no ano de 2025 (SOARES, 2005; BIOMATERIALS MARKET, 2021).

Este crescimento intenso é creditado principalmente a três pontos: o aumento de idade da população mundial, causado pelo aumento da expectativa de vida, um melhor poder aquisitivo em países em desenvolvimento, gerando uma facilidade de acesso ao tratamento de várias doenças e o avanço tecnológico, gerando soluções e/ou tratamentos para doenças que eram tidas como incuráveis ou intratáveis (PIRES; BIERHALZ; MORAES, 2015).

Porém, para o material ser cogitado, avaliado e posteriormente utilizado como biomaterial, este deve ter algumas características indispensáveis e outras características desejáveis, sendo estas, variáveis a cada aplicação. Dentre as características tidas como indispensáveis, podemos citar as características biológicas, como biocompatibilidade e baixa toxicidade, visto que o biomaterial não pode trazer danos à saúde do paciente, e, como características desejáveis, temos as propriedades mecânicas, físicas e ópticas a serem avaliadas para cada aplicação individualmente (LANDUCI, 2016).

Como exemplo de propriedades indispensáveis e desejáveis podemos citar os pinos metálicos utilizados na reparação de fraturas na perna e a implantação de marca passo utilizado para monitorar e estimular os batimentos cardíacos. No caso do pino metálico, as características desejáveis são as propriedades mecânicas próximas às características mecânicas do osso. Já, no segundo caso, as propriedades mais importantes são as elétricas, para que, tanto o monitoramento quanto o estímulo

sejam feitos de forma fiel e correta. Porém, em ambos os casos, os dispositivos não podem ser tóxicos e devem ser biocompatíveis, para evitar a rejeição pelo organismo.

Tais características são difíceis de se encontrar em um único biomaterial. Devido a isto, são desenvolvidas técnicas que têm como finalidade a junção de propriedades de biomateriais, principalmente as propriedades mecânicas e biológicas. Dentre essas técnicas, podemos citar o uso de aspensão térmica ou elétrica em enxertos metálicos, ou, o cultivo de células orgânicas na superfície de implantes ou equipamentos. Essas técnicas, apesar de distintas, possuem a finalidade de aliar a biocompatibilidade de determinado biomaterial com as propriedades mecânicas, físicas ou ópticas de outros materiais.

Analisando-se as propriedades mecânicas, uma classe de materiais se destaca das demais: os metais. Estes possuem uma grande gama de aplicações e possuem propriedades mecânicas adaptáveis a cada necessidade. Dentre os vários metais conhecidos e utilizados, temos o titânio como um dos mais recorrentes na produção de implantes, graças à sua baixa corrosão quando em contato com o organismo e sua biocompatibilidade aceitável.

No entanto, fatores como o custo elevado, a necessidade de diferentes técnicas de fundição e índices de dureza e resistência que podem sofrer melhorias, tornam a busca por ligas alternativas de titânio uma crescente linha de pesquisa. Por isso, nos últimos anos, diversas ligas vêm sendo estudadas como possíveis alternativas ao uso do titânio comercialmente puro (Ti CP) e, entre elas, damos destaque para liga de titânio, alumínio e vanádio (Ti-6Al-4V), chamada comercialmente de ELI, bem como a liga de titânio, alumínio e nióbio (Ti-6Al-7Nb).

A primeira mostra uma grande aplicabilidade, visto que possui melhores propriedades de resistência à fratura, microestrutura, dureza, limite de escoamento, além de módulo de elasticidade quase igual ao Ti CP (BAUER, 2007).

Apesar de boas propriedades mecânicas e propriedades biológicas desejáveis, a superfície, tanto do Ti CP quanto da liga Ti-6Al-4V, pode ser modificada submetendo o material a ataques básicos ou ácidos. Essa estratégia gera um aumento da superfície de contato do implante com os tecidos biológicos, melhorando a biocompatibilidade com o corpo humano. Estas técnicas, além de melhorarem a biocompatibilidade, geram uma facilidade na osteointegração (NIINOMI; NARUSHIMA; NAKAI, 2015).

Logo, o aumento da rugosidade superficial serve como locais de fixação para que o osso se desenvolva em cima do implante, gerando melhor fixação e, esta mesma característica, resolve um problema recorrente da utilização de metais em implantes: a grande diferença entre o módulo de elasticidade entre a liga e o osso.

## **1.1 Objetivo geral**

Submeter o Ti CP e a liga Ti-6Al-4V ao ataque básico com hidróxido de sódio (NaOH), alterando os parâmetros (tempo de exposição e temperatura), e mantendo a concentração constante de 5 M, para promover modificações superficiais em ambos os materiais. Caracterizar, por meio de ensaios não destrutivos, as propriedades mecânicas da liga Ti-6Al-4V para uso como biomaterial, em comparação com o Ti CP.

### **1.1.1 Objetivos específicos**

Os objetivos específicos deste trabalho são:

- Caracterizar a composição química do titânio comercialmente puro e da liga de titânio, alumínio e vanádio através da técnica de espectroscopia por energia dispersiva.
- Submeter o titânio e a liga Ti-6Al-4V ao ataque básico, alternando os parâmetros tempo de exposição e temperatura, na solução para uma concentração fixa de 5 M de NaOH.
- Caracterizar o material utilizado através de técnicas de caracterização de superfície, como microscópio eletrônico de varredura, microscópio ótico e perfilômetro.
- Analisar os parâmetros utilizados e identificar o de maior sensibilidade para produzir um aumento da superfície de contato, ou seja, o fator que gera maior modificação superficial.



## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Biomateriais

#### 2.1.1 Definição de biomateriais

Definir o que é ou o que pode ser um biomaterial é uma tarefa complexa e difícil, devido à grande variedade de aplicações que os biomateriais possuem.

Para Landuci (2016, p. 8), “um biomaterial é qualquer material biocompatível, natural ou feito pelo homem, que é usado para substituição ou auxílio de parte de um órgão ou tecido, enquanto em contato íntimo com o mesmo”.

Em outras palavras, Park e Lakes (2007, p. 2) definem um biomaterial como “qualquer material usado para fazer dispositivos com a finalidade de substituir parcialmente ou totalmente a função do corpo de forma segura, confiável, econômica e fisiologicamente aceitável”.

Apesar de distintas as definições, podemos entender que um biomaterial é uma substância ou junção de substâncias, oriunda da natureza ou feita em laboratório, que é utilizada em contato com o organismo vivo, por tempo indeterminado, e que pode possuir a finalidade de auxiliar ou substituir, parcialmente ou totalmente, o tecido vivo de forma segura e confiável.

#### 2.1.2 Biocompatibilidade dos biomateriais

Dadas as definições acima, vimos que os biomateriais possuem um íntimo contato com o tecido vivo. Seja o contato a curto, médio ou longo prazo, uma propriedade que todo material deve ter para que seja considerado para o uso como biomaterial é a biocompatibilidade.

Segundo a Farmacopeia Brasileira (2019, p. 528), “A biocompatibilidade refere-se à tendência desses produtos permanecerem, biologicamente, inertes, quando em contato com o corpo.”

De tal modo, podemos definir a biocompatibilidade como sendo a capacidade do material de entrar em contato com o organismo sem produzir respostas imunes não desejadas, reações alérgicas e inflamações. Logo, temos que a biocompatibilidade é um conceito complexo e dependente de vários fatores, como a biofuncionalidade, bioinércia, bioatividade e bioestabilidade (CVRČEK; HORÁKOVÁ, 2019).

Para avaliar a biocompatibilidade de um determinado material, são realizados vários testes com finalidade biológica ou procedimentos que visam evitar a toxicidade do material, como citotoxicidade, hemocompatibilidade, toxicidade reprodutiva, biodegeneração, entre outros (ANVISA, 2019).

### 2.1.3 Osteointegração e sua importância para os biomateriais

Outra propriedade importante a muitos biomateriais, principalmente os implantes, é a osteointegração. A osteointegração é tida como o processo de formação de um novo osso. De tal modo, depois de ocorrer o implante de um biomaterial, este tem que ter a capacidade de se unir ao osso e às células adjacentes provenientes deste processo (BAHRAMINASAB; HASSAN; SAHARI, 2010). A figura 1, exemplifica o caso do crescimento ósseo sobre uma superfície porosa.

**Figura 1 – Crescimento ósseo sobre a superfície porosa de um componente femoral de titânio**



**Fonte: Karachalios (2014)**

O grau de sucesso de um implante ortopédico é medido através da integração do implante com o osso. Então, quanto maior for a capacidade de osteointegração, mais estável mecanicamente o implante estará e menores serão as chances do implante se soltar do osso. Para conseguir tal feito, deve-se evitar a adesão de fibrina,

a vascularização e os micromovimentos que o implante pode sofrer (GEETHA *et al.*, 2009).

Estudos mostram que a porosidade do implante influencia diretamente na osteointegração, pois, propicia mais pontos de ancoragem para este processo. Sucintamente, podemos entender a porosidade como sendo o volume de espaços vazios dividido pelo volume total da superfície (ROUQUEROL *et al.*, 1994).

Leite (2011), abordou a influência da porosidade na facilidade ou não da ligação osso-implante, em um estudo prático a respeito da integração de implantes porosos de titânio em coelhos. O autor inseriu 6 tipos de implantes de titânio, cada um com diferentes graus de porosidade, sendo 3 deles com posterior tratamento biomimético, em 6 coelhos diferentes. Segundo o autor, após algumas semanas, foi realizada a análise histomorfométrica (isto é, da formação e estrutura de tecidos vivos), que retratou maior formação óssea nos implantes porosos e tratados biomimeticamente, e menor no implante 100% denso sem tratamento posterior (LEITE, 2011).

Moreira (2013), realizou um estudo que buscava analisar a influência da morfologia porosa do implante no processo de crescimento ósseo, quando utilizado o titânio como material, e concluiu que a rugosidade, e conseqüentemente a formação de poros, realmente proporcionam melhor reparação óssea, maior formação de ligações entre osso e implante, além de citar o enorme potencial de otimização de biomateriais porosos para o futuro (MOREIRA, 2013).

Além de tentar aumentar o número de poros, a realização de procedimentos de recobrimento, como a aspersão térmica ou o recobrimento biomimético podem auxiliar na osteointegração do implante, gerando maiores chances de sucesso em implantes ortopédicos, médicos e odontológicos.

#### 2.1.4 Processo de homologação de novos biomateriais

Por se tratar de materiais que ficam em íntimo contato com o organismo vivo, a utilização de biomateriais segue critérios rigorosos e específicos para cada uso.

A homologação de novos biomateriais para uso comercial varia de país a país, sendo que cada um possui um órgão de regulamentação próprio. No Brasil, o órgão responsável por regulamentar dispositivos médicos, remédios e correlatos é a ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária), na Europa temos a ECHC (European Conference on Health Communication), nos Estados Unidos da América

temos a FDA (Food and Drug Administration), etc. Porém, muitos destes órgãos utilizam-se da ISO 10993 para basear as suas regras e leis (LANDUCI, 2016).

Devido à utilização da mesma base, o processo de homologação é similar entre a maioria dos países. O primeiro passo é realizar o pedido de comércio no país ao qual se deseja comercializar o biomaterial junto com a agência de vigilância responsável. Junto ao pedido, é necessário anexar testes laboratoriais e mecânicos do biomaterial a fim de comprovar a segurança de utilização em seres vivos e caracterizar suas propriedades para aplicação médica (PIRES; BIERHALZ; MORAES, 2015).

Caso a análise destes testes seja favorável, o biomaterial torna-se legal e pode ser comercializado no país desejado. Já na seleção e projeto do biomaterial, o responsável deve-se atentar a algumas características além das biológicas, como resistência à corrosão, ao desgaste, as propriedades mecânicas desejáveis e necessárias, ao local a ser utilizado o biomaterial, entre outros.

#### 2.1.5 Propriedades mecânicas dos biomateriais

As propriedades mecânicas dos materiais são responsáveis por definirem seu comportamento quando submetidos a esforços e condições externas, independentemente do tipo de esforço aplicado. Para os biomateriais, algumas propriedades mecânicas são importantes e até indispensáveis para determinadas aplicações, pois, definem o desempenho que implantes terão quando submetidos a tensões de tração, compressão ou de cisalhamento. A tabela 1 mostra a importância das propriedades mecânicas para os biomateriais.

**Tabela 1 – Propriedades mecânicas e sua importância na aplicação de um biomaterial**

Propriedade	Grau de importância
Limite de escoamento	Importante
Limite de resistência à tração	Importante
Ductilidade	Importante
Tenacidade à fratura	Importante
Limite de fadiga	Muito importante
Módulo de elasticidade	Muito importante
Resistência à fluência	Importante para polímeros
Resistência ao desgaste	Muito importante

**Fonte: Adaptado de Helsen e Breme (1998)**

A importância destas propriedades mecânicas vem do significado de cada uma delas para os materiais. Podemos definir o limite de escoamento como o valor da tensão em que o material deixa de ser deformado elasticamente (deformação

temporária) para ser deformando plasticamente (deformação permanente). Já o limite de resistência à tração é o valor máximo de tensão suportado antes de sofrer a fratura (HIBBELER, 2010).

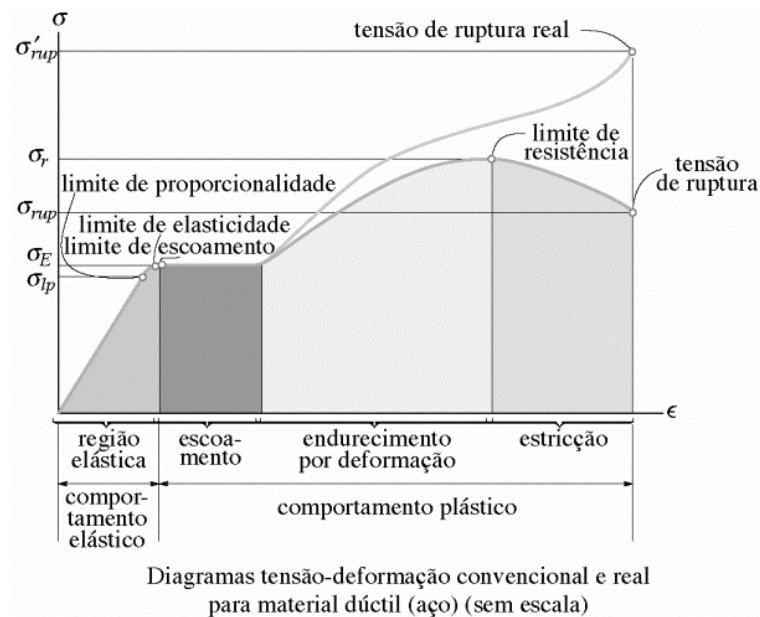
Segundo Callister (2016, p. 168), a ductilidade “é uma medida do grau de deformação plástica desenvolvida até a fratura”. Ainda para Callister (2016, p. 170), a tenacidade à fratura é tida como a “resistência de um material à fratura”. Já o limite de fadiga é uma propriedade mecânica muito importante para materiais que sofrem esforços cíclicos ou repetitivos, pois determina a quantidade de vezes que o material irá suportar determinado esforço sem que haja a ruptura (CALLISTER; RETHWISCH, 2016).

O módulo de elasticidade ou o módulo de Young pode ser visto como a resistência apresentada pelo material ao ser deformado elasticamente. Já a resistência à fluência pode ser entendida como a resistência que um material possui ao ser deformado plasticamente quando submetido a forças estáticas e a temperaturas altas. Os metais, em geral, não são sensíveis à fluência devido ao seu alto ponto de fusão; os polímeros, por outro lado, são geralmente sensíveis a esta propriedade mecânica (CALLISTER; RETHWISCH, 2016).

Por sua vez, a resistência ao desgaste pode ser dita como a resistência de um biomaterial de ser degradado, gerando falhas e trincas. Sendo esta propriedade de alta importância, já que o corpo humano é considerado como um ambiente hostil.

Para facilitar a comparação de algumas propriedades mecânicas, principalmente entre grupos de materiais, podemos analisar o gráfico de tensão-deformação. A figura 2 explicita um gráfico tensão-deformação para um material dúctil, similar aos metais, gerado através de um ensaio de tração, e suas respectivas propriedades, as quais estão descritas abaixo na própria figura.

**Figura 2 – Exemplo de propriedades mecânicas**



**Fonte: Hibbeler (2010)**

### 2.1.6 Tipos de biomateriais e suas aplicações

Atualmente, todos os biomateriais existentes e utilizados pertencem às mesmas classes dos demais materiais. No geral, esses materiais podem ser enquadrados nas categorias que se segue: metálicos, cerâmicos, poliméricos e compósitos. Devido ao objetivo do presente trabalho, descreveremos de forma mais detalhada as características dos biomateriais metálicos.

Desde simples fios e instrumentação para procedimentos cirúrgicos até placas de fixação e pinos, os metais são peças fundamentais para que se torne possível a realização de implantes e quaisquer componentes que sofram esforços.

Historicamente, os metais começaram a ser utilizados para aplicações em implantes médicos somente no século XIX, juntamente com a expansão da revolução industrial. Inicialmente, utilizavam-se os metais apenas em implantes de ossos longos, porém, no ano de 1860, as técnicas assépticas implementadas fizeram com que cirurgias utilizando fios e pinos obtivessem sucesso e comesçassem a ser utilizadas em tratamentos de fraturas ortopédicas (LANDUCI, 2016).

Os metais são a classe mais utilizada em procedimentos médicos e sua preferência se justifica através de suas propriedades mecânicas elevadas. Muitas destas características encontram-se em valores altos quando comparados a outros materiais, a exemplo da tensão de escoamento que, em média, assume valores de 800 MPa ou mais.

Outra característica extremamente importante dos metais são os processos de fabricação e a viabilidade econômica. Os metais podem ser fabricados através de vários processos comuns como usinagem, conformação e fundição. Essa possibilidade traz aos metais uma gama enorme de formas e tamanhos, podendo se adaptar a cada caso particular sem dificuldades. Já a viabilidade econômica é um fator importante quando a produção daquele material estiver em escala comercial. Logo, este é um fator a se atentar, e muitos metais cumprem esse quesito econômico. Além da utilização em implantes, os metais são utilizados na confecção de instrumentos utilizados por profissionais da área da saúde como pinças, sondas, agulhas e etc.

Devido a essas propriedades mecânicas, os metais são geralmente escolhidos na área ortopédica, pois, podem substituir os ossos através de pinos e placas, tendo também uma ampla utilização na área odontológica, quando citamos procedimentos como implantes dentários e tratamentos ortodônticos. Entretanto, apesar de possuir propriedades mecânicas elevadas, para aplicação como biomaterial, é necessário que o material desejado possua propriedades mecânicas próximas as do osso cortical. Tal similaridade é importante para evitar concentração de esforços no implante e garantir que tanto o implante como o osso irão se comportar de forma semelhante quando submetido a esforços externos. A tabela 2 exemplifica algumas propriedades mecânicas de ligas metálicas utilizadas principalmente na confecção de implantes.

**Tabela 2 – Propriedades mecânicas de algumas ligas**

Materiais	Módulo de elasticidade (GPa)	Limite de resistência à tração (MPa)	Tenacidade à fratura (MPa.m <sup>1/2</sup> )
Ligas Co-Cr-Mo	240	900 – 1540	aprox. 100
Aço inox 316L	200	540 – 1000	aprox. 100
Ligas de Ti	105 - 125	900	aprox. 80
Ligas de Mg	40 - 45	100 – 250	15 – 40
Ligas de Ni-Ti	30 – 50	1355	30 - 60
Osso cortical	10 - 30	130 – 150	2 - 12

**Fonte: Long e Rack (1998)**

Em casos mais específicos, os metais chegam a ser utilizados na confecção de dispositivos neurais alocados em crânios e na coluna, devido à alta condutividade elétrica que eles possuem, graças aos seus elétrons livres.

O principal critério de falha associado a um biomaterial metálico é a oxidação. O corpo humano é um ambiente de trabalho muito diferente das condições normais de atuação. Logo, para a utilização de um biomaterial, é necessário se atentar a

questos como acidez e poder de corrosão dos ambientes onde os mesmos serão implantados. Por terem grande afinidade em produzir óxidos, os metais sofrem oxidação quando estão em contato com soluções aquosas. Para que esta oxidação não ocorra, existem tratamentos e elementos de liga que visam evitar esse efeito, visto que tal acontecimento é maléfico ao implante e, conseqüentemente, à saúde do paciente.

A escolha da liga utilizada e dos tratamentos feitos a cada biocomponente varia de acordo com sua utilização, pois, cada órgão humano possui um pH único e características variáveis. Portanto, um metal que é excelente na substituição óssea pode não ser a melhor escolha quando a intenção é se produzir um implante neural.

Dentre os vários metais e ligas existentes, os metais que recebem destaque são o titânio e suas ligas derivadas, os aços inox, as ligas de cobalto, ligas de magnésio e tântalo, sendo a liga de tântalo a mais rara dentre as ligas supracitadas. A tabela 3 traz aplicações para algumas ligas metálicas comumente utilizadas, desde instrumentos cirúrgicos até eletrodos, permeando os implantes e restaurações odontológicas.

<b>Tabela 3 - Metais e suas aplicações como biomateriais</b>	
Metal ou liga	Aplicações
Aço inox 316L	Fixação de fraturas, <i>stents</i> , instrumentos cirúrgicos
Ti CP, Ti-Al-V, Ti-Al-Nb, Ti-13Nb-13Zr e Ti-Mo-Zr-Fe	Substituição de ossos e articulações, implantes dentários, encapsulação de marca-passo
Co-Cr-Mo, Cr-Ni, Cr-Mo	Substituição de ossos e articulações, restaurações e implantes dentários, válvulas cardíacas
Ni-Ti	Placas ósseas, <i>stents</i> , fios ortodônticos
Ligas de ouro, amálgama de Hg-As-Sn	Restaurações dentárias
Prata	Agente antimicrobiano
Platina e Pt-Ir	Eletrodos

**Fonte: Pires, Bierhalz e Moraes (2015)**

## 2.2 Ligas de titânio

Proveniente da categoria dos biomateriais metálicos, o titânio (Ti) recebe destaque como sendo o metal mais consumido na confecção de implantes e próteses. Sua preferência de utilização se credita às suas boas características como: relação massa sobre volume baixa ( $4,5 \text{ g/cm}^3$ ), resistência à corrosão alta, boa biocompatibilidade e módulo de elasticidade baixo (COELHO, 2013).



Tais características fazem com que o titânio apresente boa empregabilidade em muitas aplicações, além do uso como biomaterial. Outras aplicações do titânio incluem a confecção de peças para aviões e foguetes, graças à sua densidade baixa e resistência à tração considerada alta, podendo chegar a 1400 MPa (CALLISTER; RETHWISCH, 2016). A tabela 4 traz as composições, as propriedades mecânicas e as aplicações de algumas ligas comuns do titânio.

**Tabela 4 – Composição, propriedades mecânicas e aplicações de algumas ligas de titânio**

Nome Comum	Composição (%)	Propriedades Mecânicas Médias		Aplicações Típicas
		Limite de Resistência a tração (MPa)	Limite de Escoamento (MPa)	
Não ligada	99,5 Ti	240	170	Protetores de motores a jato, carcaças de aviões, equipamentos resistentes à corrosão para a indústria naval e de processamento químico.
Ti-5Al-2,5Sn	5Al, 2,5Sn, restante Ti	826	784	Carcaças e anéis de motores de turbina a gás, equipamentos para processamento químico que exigem resistência até temperaturas de 480 °C.
Ti-8Al-1Mo-1V	8Al, 1Mo, 1V, restante Ti	950	890	Peças forjadas para componentes de motores a jato (discos, placas e conectores de compressores).
Ti-6Al-4V	6Al, 4V, restante Ti	947	877	Implantes e próteses de alta resistência, equipamentos para processamento químico, componentes estruturais de fuselagens de aviões.
Ti-6Al-6V-2Sn	6Al, 2Sn, 6V, 0,75Cu, restante Ti	1050	985	Aplicações nas fuselagens das carcaças de motores de foguetes e nas estruturas de fuselagens de alta resistência para aviões.
Ti-10V-2Fe-3Al	10V, 2Fe, 3Al, restante Ti	1223	1150	Melhor combinação de alta resistência e tenacidade entre todas as ligas de titânio comerciais; usada para aplicações que exigem uniformidade das propriedades de tração na superfície e no centro do material; componentes de alta resistência das fuselagens de aviões

Fonte: Adaptado de Callister e Rethwish (2016)

Apesar das propriedades mecânicas boas, o titânio apresenta uma alta reatividade química em temperaturas elevadas, fazendo com que fossem desenvolvidas técnicas não convencionais de produção, acarretando um custo

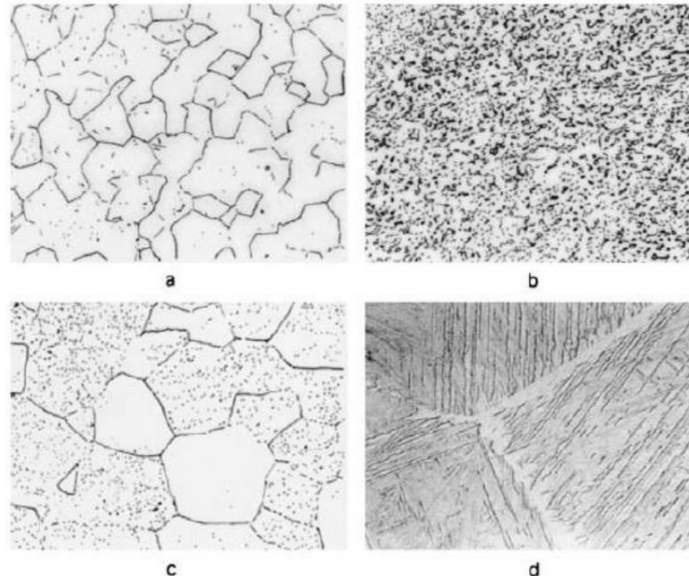
superior de produção quando comparada a várias outras ligas (CALLISTER; RETHWISCH, 2016; COELHO, 2013).

### 2.2.1 Microestrutura das ligas de titânio

Diferentemente dos aços inoxidáveis, em que o emprego de elementos químicos tem como função melhorar a resistência à corrosão da liga, os elementos químicos utilizados para o titânio têm como finalidade melhorar as propriedades mecânicas da liga, visto que o titânio já mostra resistência à corrosão considerada alta (LANDUCI, 2016).

À temperatura ambiente, o Ti CP demonstra uma estrutura de cristal conhecida como hexagonal compacta, chamada de fase  $\alpha$ . Ao ser aquecida a temperaturas superiores a 883 °C, sua estrutura cristalina é reorganizada para uma estrutura cúbica de corpo centrado, chamada de fase  $\beta$ . Devido a alteração da estrutura do cristal, o titânio, juntamente com suas ligas, é organizado em 4 classificações:  $\alpha$ , quase  $\alpha$ ,  $\alpha+\beta$  e  $\beta$  (LANDUCI, 2016; SEDANS, 2019). A figura 3 mostra as microestruturas apresentadas pelo titânio.

**Figura 3 – Microestruturas do titânio (aumento de 500x)**



**Nota: (a) Liga  $\alpha$  recozida. (b) Ti-6Al-4V, liga  $\alpha+\beta$ , recozida. (c) Liga  $\beta$  recozida. (d) Ti-6Al-4V, tratado termicamente a 1650 °C.  
Fonte: Park e Bronzino (2002)**

A temperatura de troca de fase  $\alpha$  para fase  $\beta$  é muito sensível à presença de outros elementos, onde estes são chamados de estabilizadores da fase  $\alpha$  ou  $\beta$ . Os estabilizadores da fase  $\alpha$  ajudam a aumentar a temperatura de alteração da estrutura

cristalina do titânio comercialmente puro, já os estabilizadores da fase  $\beta$  ajudam a reduzir a temperatura de alteração da estrutura. Os principais elementos que ajudam a aumentar a temperatura de troca de microestrutura são o nitrogênio, oxigênio, alumínio e carbono, já o principal estabilizador da fase  $\beta$  é o hidrogênio e o vanádio (LANDUCI, 2016; SEDANS, 2019).

### 2.2.2 Classificação de ligas de titânio

O Ti CP, também conhecido como não ligado, é subdividido em 4 graus, onde a principal diferença está na existência e na concentração de elementos de liga como nitrogênio, carbono, hidrogênio, entre outros (SEDANS, 2019). A classificação do titânio e suas ligas em função da concentração de soluto está explicitada na tabela 5.

**Tabela 5 – Classificação do titânio de acordo com a concentração de soluto**

Elemento	Grau 1	Grau 2	Grau 3	Grau 4
Nitrogênio	0,03	0,03	0,05	0,05
Carbono	0,10	0,10	0,10	0,10
Hidrogênio	0,015	0,015	0,015	0,015
Ferro	0,20	0,30	0,30	0,50
Oxigênio	0,18	0,25	0,35	0,40
Titânio	Balanço	Balanço	Balanço	Balanço

Fonte: ASTM (2006)

Dentre as várias ligas existentes do titânio, a liga de Ti-6Al-4V, classificada como  $\alpha+\beta$ , recebe cerca de 45% de toda a produção de titânio mundialmente. Atrás desta liga, temos o titânio comercialmente puro, que recebe aproximadamente 30% da produção e as demais ligas somam o valor restante de 25%. Como biomaterial, a liga Ti-6Al-4V e o Ti CP são mais utilizadas devido às suas propriedades mecânicas (LANDUCI, 2016).

### 2.2.3 Liga Ti-6Al-4V

Composta por titânio, 6% de alumínio e 4% de vanádio, a liga Ti-6Al-4V pode ser classificada como parte da primeira geração das ligas de titânio, as quais são responsáveis por grande parte da produção total de titânio do planeta (SUÁREZ *et al.*, 2011). Tais materiais metálicos têm sido utilizados desde os anos 60 em aplicações como biomaterial. Com o passar dos anos, a liga composta pelos três elementos se tornou um potencial substituto ao elemento puro graças à sua resistência elevada.

Esta liga também recebe o nome de UNS R56400, TC4, Ti64, ou também ASTM Grau 5 (CHU; LU, 2013). Sua descoberta e os primeiros estudos a seu respeito

começaram em 1950, no Arsenal de Watertown, onde a busca pelo material que tivesse alta resistência específica, resistência à corrosão alta e baixa densidade era constante para obtenção de vantagem na indústria aeronáutica. Posteriormente, o local se tornaria o Laboratório de Pesquisa do Exército Americano, localizado em Adelphi, no estado de Maryland (GOOCH, 2010).

A principal justificativa para as melhores propriedades é a existência de ambas as fases, alfa ( $\alpha$ ) e beta ( $\beta$ ), na temperatura ambiente, algo que não ocorre com o titânio comercialmente puro, pois, este apresenta fase alfa a temperaturas abaixo de 883°C, como comentado em tópicos anteriores. A formação de ambas as fases proporciona vantagens mecânicas e químicas em relação a outras ligas de titânio, como a maior facilidade de trabalhabilidade do material, que se refere à maior capacidade de deformação plástica sem a ocorrência de fraturas (LÜTJERING; WILLIAMS, 2007).

Essa formação bifásica se deve à presença de alumínio e vanádio em sua composição. O primeiro é conhecido como um estabilizador de fase  $\alpha$ , e o segundo, um estabilizador de fase  $\beta$ ; justificando a apresentação de duas fases na liga à temperatura ambiente (PARR; GARDNER; TOTH, 1985). As estruturas cristalinas formadas são a hexagonal compacta, presente na fase alfa e a cúbica de corpo centrado, na outra fase apresentada pelo titânio (JESUÍNO *et al.*, 2001).

#### 2.2.3.1 Propriedades mecânicas gerais da liga Ti-6Al-4V

Veiga, Davim e Loureiro (2012), em um estudo comparativo das propriedades mecânicas do Ti CP e de sua liga com alumínio e vanádio, chegaram aos seguintes dados de módulo de Young, tensão de escoamento, resistência à tração e dureza Vickers.

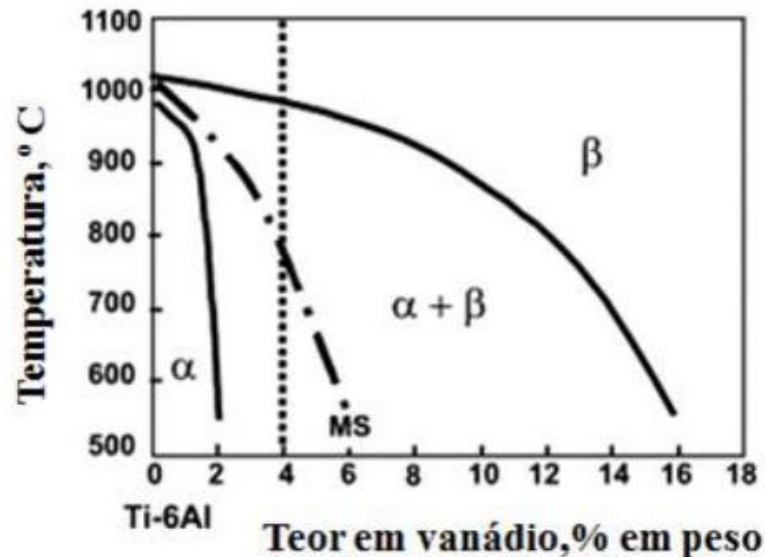
Propriedades Mecânicas	Ti-6Al-4V	Ti CP grau 4
Módulo de elasticidade (GPa)	110-140	100-120
Tensão de escoamento (MPa)	800-1100	480-655
Resistência à tração (MPa)	900-1200	>550
Dureza Vickers (HV)	300-400	260

Fonte: Veiga, Davim e Loureiro (2012)

A tabela 6 comprova os melhores valores das propriedades mecânicas presentes na liga de titânio em relação aos Ti CP, creditado à existência de outros componentes químicos.

A figura 4 ilustra um diagrama de fase da liga Ti-6Al, representado pelo gráfico da temperatura em dependência da porcentagem de vanádio. A linha pontilhada situada em 4% de vanádio possibilita a análise da microestrutura da liga supracitada, assim, mostrando a presença das duas fases, alfa e beta.

Figura 4 – Diagrama de fase da liga Ti-6Al com diferentes teores de vanádio



Fonte: Swarnakar, Van Der Biest e Baufeld (2011)

Segundo Siebert (2017), as propriedades mecânicas de maior valor nas ligas do titânio são a resistência mecânica, a tenacidade e a ductilidade. A liga Ti-6Al-4V combina as resistências mecânica e à corrosão com facilidade de conformação e fácil usinagem. Além disso, é considerado um material leve e, por isso, chamou à atenção para uso pela indústria aeronáutica, automobilística, e para uso em próteses e implantes.

Bauer (2007), em um estudo comparativo entre as propriedades mecânicas do Ti CP e da liga, fundidos com concentrações diferentes de argônio, obteve valores também para o limite de proporcionalidade e para o alongamento dos dois materiais, representados na tabela 7.

Tabela 7 – Propriedades mecânicas da liga Ti-6Al-4V e Ti CP

Propriedades Mecânicas	Ti-6Al-4V	Ti CP
Limite de proporcionalidade (MPa)	892,8 ± 77,6	425,8 ± 77,1
Alongamento (%)	1,9 ± 0,7	17,8 ± 4,8

Fonte: Bauer (2007)

É possível notar que o limite de proporcionalidade da liga foi mais que o dobro em relação ao titânio comercialmente puro, bem como a média do alongamento do

titânio foi bem maior que o alongamento demonstrado pela liga. Isso nos permite concluir que, em geral, para o uso como biomaterial, o Ti-6Al-4V se torna uma ótima alternativa.

Além disso, a liga possui índices elevados de resistência à corrosão em decorrência da formação de óxido de titânio, composto este, que tem a função de proteger o material contra ambientes agressivos (RAMIRES; GUASTALDI, 2002).

### 2.2.3.2 Técnicas de recobrimento utilizadas na liga Ti-6Al-4V

Entre as principais técnicas de modificação de superfície já utilizadas na liga Ti-6Al-4V, podem ser citados diferentes tipos de recobrimentos especiais depositados na superfície do material. Entre eles, destacam-se o recobrimento metálico por aspersão térmica com cobalto, níquel, cromo, alumínio e ítrio (Co-Ni-Cr-Al-Y) e o recobrimento com hidroxiapatita (HA) por deposição eletroquímica ou pelo método sol-gel (BRIGUENT *et al.*, 2012, NICOMEDES, 2017, AVÉS *et al.*, 2008).

O recobrimento com Co-Ni-Cr-Al-Y tem como objetivo melhorar a resistência ao desgaste, melhorar a resistência à corrosão e também funcionar como uma barreira contra incompatibilidades químicas e biológicas, quando aplicado como revestimento em implantes (PAREDES, 2012).

Um problema comum que ocorre em ligas com a presença de titânio é o aumento da solubilidade do oxigênio, gerando perda de titânio e na criação de uma película dura e frágil na superfície. Briguente *et al.* (2012) utilizaram o recobrimento com Co-Ni-Cr-Al-Y na liga de titânio e obtiveram melhoras significativas nos dados de fluência, reduzindo o risco da permeação de oxigênio. A camada metálica aplicada pelos autores na superfície da liga possuía 0,127 mm de espessura, e, depois do recobrimento, as amostras sofreram ensaios de fluência, os quais demonstraram que o tratamento superficial conferiu às amostras maior resistência à deformação.

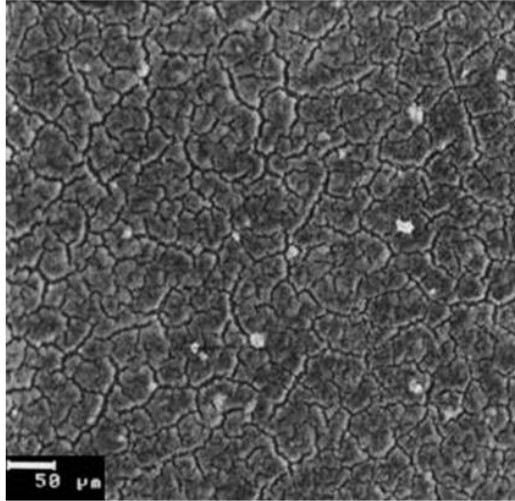
O recobrimento com hidroxiapatita por deposição química (ou eletroforese) foi utilizado na liga de titânio por Nicomedes (2017) e por Sena *et al.* (2001). Nesta técnica, a busca é pela melhoria nas propriedades da hidroxiapatita, principalmente mecânica, como a resistência e a conformabilidade sem prejudicar a sua biocompatibilidade. A diferença em ambos os estudos é que, no primeiro, foi incorporado óxido de grafeno na eletroforese, e, no segundo, foi realizada a eletroforese sem nenhuma incorporação (NICOMEDES, 2017, SENA *et al.*, 2001).

Nicomedes (2017) concluiu que a incorporação de óxido de grafeno ao filme de hidroxiapatita gerou uma criação de revestimentos contínuos e homogêneos quando comparado aos corpos de prova sem tratamento superficial. Além disso, após ensaios, foi possível perceber que a biocompatibilidade do material não foi alterada e que houve uma melhora na resistência ao desgaste, quando comparadas aos revestimentos de hidroxiapatita pura e substrato de titânio.

Sena *et al.* (2001), realizaram um estudo de recobrimento com hidroxiapatita em implantes odontológicos feitos da liga de titânio com alumínio e vanádio, pelo processo de eletroforese, utilizando uma substância alcoólica. Segundo os autores, os implantes mostraram bom acabamento ao serem analisados no MEV e não foram vistas rebarbas ou outras partículas superficiais.

Na figura 5 está retratada a microscopia em MEV da superfície de hidroxiapatita recoberta, onde é possível notar a homogeneidade do recobrimento, com aspecto craquelado e pouquíssimas partículas grosseiras cobrindo a superfície do implante (SENA *et al.*, 2001).

**Figura 5 - Micrografia do recobrimento obtido por eletroforese em implantes de Ti-6Al-4V**

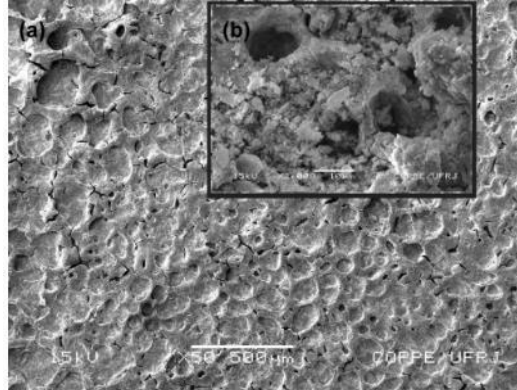


**Fonte: Sena *et al.* (2001)**

Outra técnica de modificação de superfícies com hidroxiapatita é o recobrimento com cerâmicas bioativas. Entre elas, destaca-se o processo sol-gel, que tem como objetivo a transição do sistema de superfície de sol para gel, contribuindo assim para a sua estabilização. Avés *et al.* (2008) utilizaram esta técnica em chapas de Ti-6Al-4V e também em hastes femorais compostas pela liga metálica, visando minimizar a chance de descolamento da camada de hidroxiapatita devido à sua elevada espessura, buscando facilitar e acelerar o processo de osteointegração.

Os resultados obtidos pelos autores foram satisfatórios. Na figura 6, obtida via microscópio eletrônico de varredura, é possível notar uma camada superficial razoavelmente uniforme gerada pelo recobrimento sol-gel. Algumas porosidades e trincas foram percebidas em decorrência da diferença de contração do recobrimento e da liga metálica (AVÉS *et al.*, 2008).

**Figura 6 - MEV da chapa de Ti-6Al-4V recoberta pelo processo sol-gel**



**Fonte: Avés *et al.* (2008)**

### 2.2.3.3 Biocompatibilidade do titânio e suas ligas

Williams (2001), trouxe uma definição de biomateriais em termos de biocompatibilidade. Para ele, a biocompatibilidade é “a capacidade do material de funcionar com uma resposta biológica apropriada do hospedeiro à aplicação específica que se propõe.” Um dos principais motivos para a boa biocompatibilidade do titânio é a existência espontânea de uma película inerte, sem reação química e aderente, de óxido ( $\text{TiO}_2$ ) na superfície histológica. Esta camada sólida cresce involuntariamente, proporcionando a resistência à corrosão.

Tong *et al.* (2011) classificam o Ti CP e liga tratadas como biologicamente inertes, pois, permanecem sem alterações ao entrarem em contato com organismos. Isso acontece, pois, o corpo humano entende o material como invasor e realiza o isolamento do implante com uma camada de fibra, que torna a prótese ou o implante inerte ao organismo, sem nenhuma reação adversa ao ambiente em que foi instalado.

Algumas preocupações têm surgido devido à performance da liga com alumínio e vanádio a longo prazo no corpo humano, com relação ao desprendimento de elementos de liga no organismo, que podem desencadear complicações como reações alérgicas e problemas neurológicos. Para evitar tais efeitos, estão sendo desenvolvidos tratamentos superficiais com ataque ácido, o que pode remover



seletivamente porcentagens de alumínio e de vanádio da superfície da liga, enriquecendo-a com titânio e minimizando efeitos tóxicos (ANDRADE *et al.*, 1999).

Outra técnica comumente utilizada é o pré-revestimento com hidroxiapatita por método biomimético, ou seja, o desenvolvimento de hidroxiapatita na parte externa da liga em um meio que visa imitar o organismo, contendo elementos como cálcio e fósforo. A combinação do pré-revestimento de hidroxiapatita com o ataque ácido obteve resultados comprovados por Andrade *et al.* (1999), os quais concluíram que estes dois tratamentos podem promover a ligação osso-implante semelhante à ligação osso-implante de um implante feito de Ti CP.

#### 2.2.4 Alterações superficiais em implantes

Apesar de apresentarem características mecânicas desejáveis e propriedades biológicas indispensáveis, o Ti CP e suas ligas podem ser melhorados através de ataques superficiais, como destacado anteriormente. Devido à ampla utilização deste elemento e suas ligas, principalmente para componentes que necessitam de resistência alta, estes metais são geralmente utilizados em contato com o tecido ósseo. Estudos apontam que, ao entrar em contato com o meio vivo, a ligação entre implante e tecido é formada por meio de proteínas de fixação e proliferação celular, semelhantes a osteoblastos (ERIKSSON; NYGREN, 2001, ZHANG *et al.*, 2010).

Nos tratamentos em que há a incorporação de partículas no metal, como o jateamento de areia e/ou granalha, a superfície externa do titânio mostrou a existência de pequenas partículas do jateamento, o que pode ser uma preocupação no desempenho de formação das células fixadoras osso-implante geradas pelo corpo humano (OLIVARES-NAVARRETE *et al.*, 2012).

Zhang *et al.* (2010) combinaram a técnica de jateamento superficial com um ataque ácido posterior nas amostras, encontrando uma solução para tal problema e trazendo resultados promissores. Segundo os autores, o contato osso-implante foi em torno de 65%, afirmando uma osteointegração relativamente boa, quando implantes hidrofílicos de titânio jateados com areia e ácido foram usados em um estudo de 6 meses.

Com isso, o ataque ácido e, posteriormente, o ataque básico surgiram como uma alternativa para tratamentos que envolviam pequenas partículas nas superfícies das amostras. Além de serem menos agressivos para o metal e mais simples de

serem realizados, esses ataques geraram resultados convincentes, conferindo maior rugosidade subcrônica ou nanocrônica às superfícies do titânio (PATTANAYAK *et al.*, 2011).

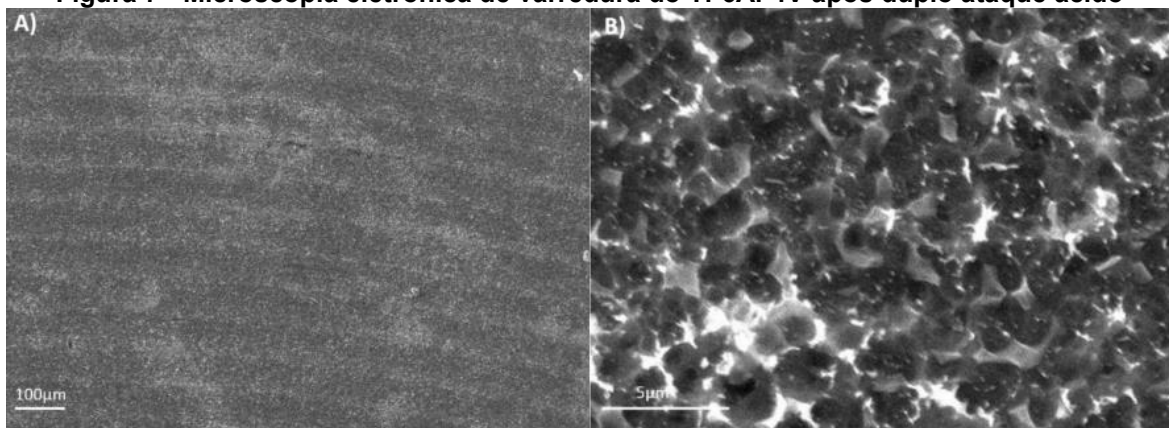
Tais ataques são iniciados por um lixamento prévio das amostras, seguidos da lavagem dos metais e posterior imersão em um ácido ou base forte, à temperatura ambiente ou elevada, por um período de tempo determinado. Como as substâncias utilizadas no ataque são classificadas, em sua maioria, como fortes, seu potencial de modificação de superfície é alto, proporcionando os resultados esperados.

#### 2.2.4.1 Ataque ácido como técnica de alteração superficial

O ataque ácido possui um vasto campo de estudos e experimentos, com destaque para o tratamento utilizado por Lario *et al.* (2018), onde os autores realizaram um duplo ataque ácido nas ligas Ti-6Al-4V e Ti-35Nb-10Ta-1.5Fe, utilizando primeiramente o ácido fluorídrico (HF) e posteriormente uma combinação deste mesmo ácido com o ácido clorídrico (HCl) para realização do ataque.

Segundo os autores, o resultado foi satisfatório, e concluiu-se que o tratamento ácido em duas etapas, chamado de duplo ataque ácido, alterou a topografia da liga e aumentou a área de superfície. Devido à microestrutura bifásica dos materiais, os resultados tiveram variação de rugosidade em algumas regiões: a região de fase  $\alpha+\beta$  possuiu maiores valores de rugosidade média devido à menor resistência química desta formação, e a região  $\beta$  resultou em menores valores dos parâmetros de rugosidade. Na figura 7, pode-se perceber uma camada externa não-uniforme do material que sofreu ataque, gerando maior superfície de contato.

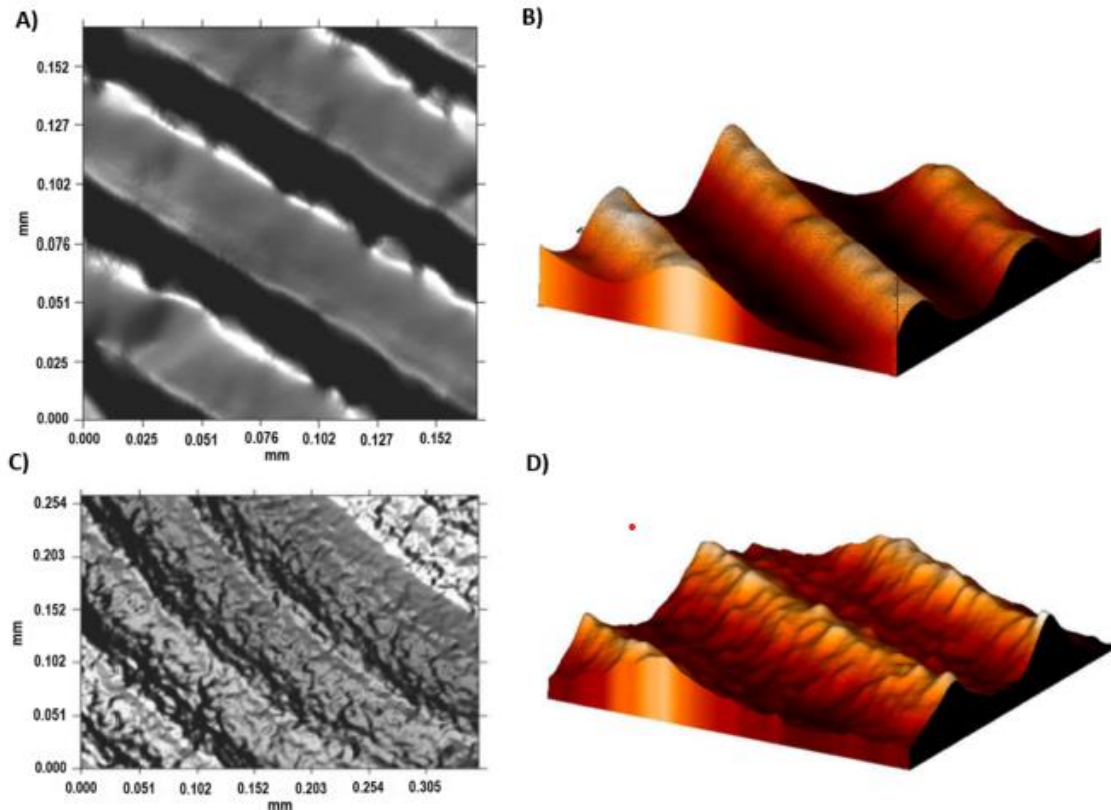
**Figura 7 - Microscopia eletrônica de varredura do Ti-6Al-4V após duplo ataque ácido**



**Nota: (a) aumento de 100x e (b) aumento de 1500x**  
**Fonte: Lario *et al.* (2018)**

Os autores também analisaram as amostras pré e pós ataque no microscópio óptico e no perfilômetro, e os resultados seguiram a mesma linha do MEV, onde na figura 8 é possível perceber uma superfície rugosa formada pelo ataque.

**Figura 8 – Microscópio óptico e perfilômetro, pré e pós ataque ácido na liga Ti-6Al-4V**



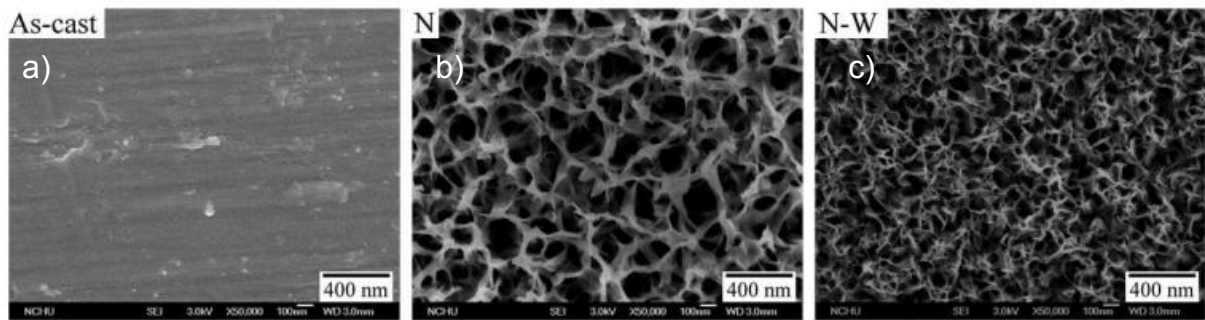
**Nota:** imagens obtidas no (a) microscópio óptico pré-ataque, (b) rugosímetro pré ataque, (c) microscópio óptico pós-ataque e (d) rugosímetro pós ataque  
**Fonte:** Lario *et al.* (2018)

Além do HCl e do HF, outros ácidos também foram utilizados para o ataque, como o HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Todos convergindo para os resultados esperados de aumento de rugosidade superficial e facilitando a produção de proteínas agregadoras osso-implante (LARIO *et al.*, 2018, CHAUHAN; KOUL; BHATNAGAR, 2021).

#### 2.2.4.2 Ataque básico como técnica de alteração superficial

Ainda que não tão amplamente estudado e utilizado como o ataque ácido, a técnica de modificação utilizando bases fortes também forneceu resultados potenciais na alteração superficial. Hsu *et al.* (2017) atacaram o titânio puro e a liga Ti-5Si utilizando NaOH 5M puro e diluído em água a temperatura de 60°C durante 24h e, após o ataque, trataram os corpos de prova em forno até a temperatura de 650°C pelo período de 3 horas, e perceberam alterações superficiais, demonstradas na figura 9.

**Figura 9 – Microscopia eletrônica de varredura da liga de titânio e silício**



**Nota: (a) não atacada (As-cast), (b) atacadas com NaOH (N), (c) atacadas com NaOH e água (N-W)**

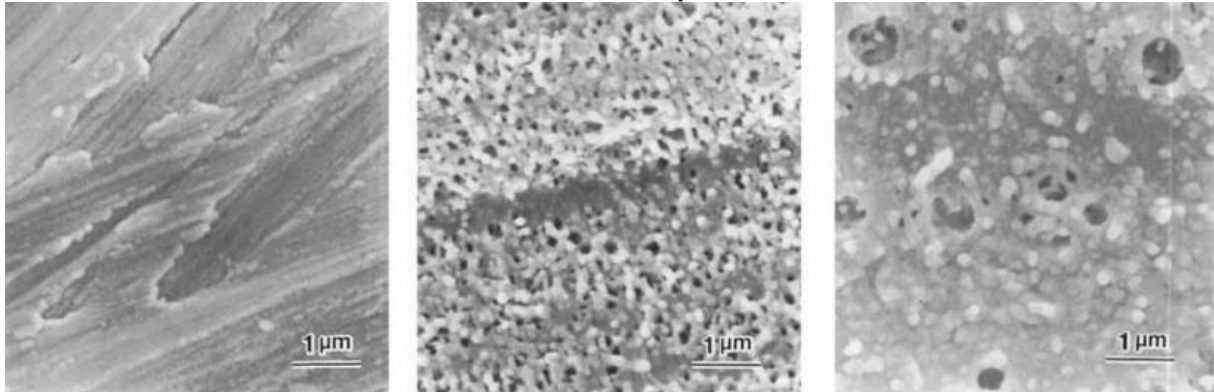
**Fonte: Adaptado de Hsu *et al.* (2010)**

Segundo os autores, ocorreu a formação de uma camada de titanato de sódio na superfície. Assim, os substratos tratados formaram uma película de apatita densa e uniforme próxima ao osso em suas superfícies, com porcentagem de íons muito semelhante à de íons do plasma existente no sangue humano. Isso indica que os metais alcalinos e tratados termicamente se ligam ao osso humano através da camada de hidroxiapatita (HA) semelhante ao tecido ósseo formada em suas superfícies no corpo.

Além disso, a estrutura da superfície mudou gradualmente desde a camada mais externa para a camada interna de titânio e suas ligas, através de camadas de titânio e de óxido de titânio. Isso indica a forte ligação da camada de apatita ao metal, além de facilitar a transferência de estresse do osso para os implantes. Assim, os autores concluíram que a modificação química da superfície permite maior campo de utilização do titânio como biomateriais, assim como ampliou o campo de utilização de sua liga também, mesmo sob a ação de forças externas como tração e compressão.

Tas e Bhaduri (2004) foram os primeiros a desenvolver um processo de duas etapas, semelhante ao ataque ácido de Lario *et al.* (2018), que se baseou em primeiramente imergir as amostras de titânio em uma solução de 5 M de KOH com pH 6,5 a 60 °C por 24 h, e 600 °C, seguido de um aquecimento por 1 h a 600°C, e posteriormente pelo revestimento dessas superfícies com a mesma base, agora com pH ajustado com NaHCO<sub>3</sub> para 7,3. Após os tratamentos, notou-se maior rugosidade superficial e formação de topografias submicrônicas, com criação de uma película de fosfato de cálcio apatítico. Na figura 10, é possível ver claramente que a superfície do metal se tornou imperfeita, gerando os resultados esperados.

**Figura 10 – MEV da superfície da liga Ti-6Al-4V que sofreu ataque básico de KOH 5M e tratamento térmico posterior**



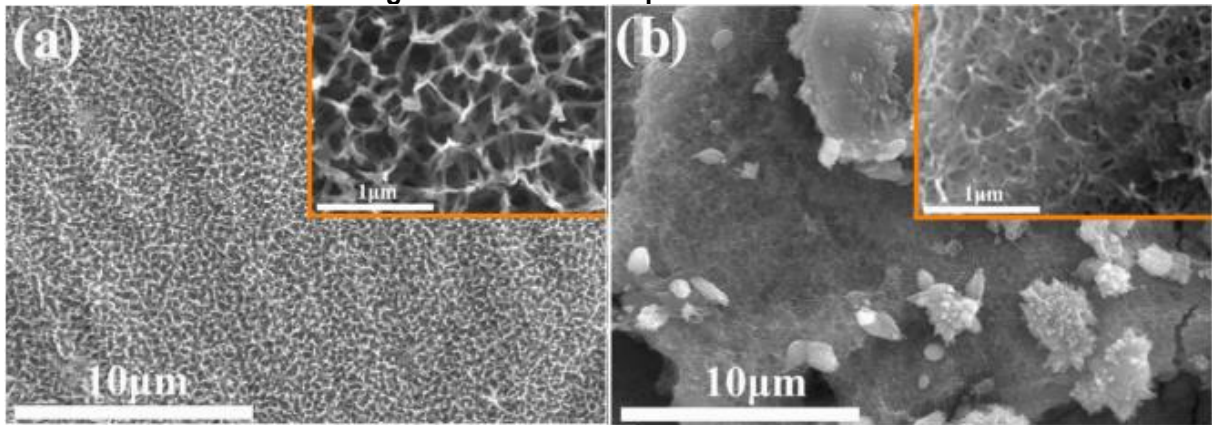
**Fonte: Tas e Bhaduri (2004)**

Kim *et al.* (2013) realizaram o ataque básico utilizando soluções de NaOH 5M e KOH 5M na superfície do titânio, variando as temperaturas de 37°C, 60°C e 90°C, por 24h e concluíram que, quanto maior a temperatura utilizada para imersão do metal no ataque básico, maior a superfície de contato gerada. Os ensaios de Raio-X realizados mostraram que, independentemente da base forte utilizada para o ataque, a superfície foi modificada conforme o esperado e produziu resultados satisfatórios.

Zhao *et al.* (2020) foram além, e combinaram a técnica do ataque básico com posterior tratamento térmico e finalmente ataque ácido no titânio comercialmente puro. A base utilizada foi o NaOH, os ácidos utilizados foram o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e o HCl, e o aquecimento realizado foi a 600°C por 1h. Além disso, os autores ainda imergiram as amostras em solução que visa imitar o fluido corporal para analisar a formação celular e gerar uma estrutura biologicamente ativada na parte externa do titânio comercialmente puro.

Os dados obtidos comprovam a existência de um revestimento de rede porosa fina e uniforme de titanato de sódio e TiO<sub>2</sub>, que foi formado pela combinação dos métodos, os quais apresentaram boa adesão e resistência à corrosão. Segundo os autores, tal combinação de tratamentos superficiais e térmicos tem uma facilidade na produção de hidroxiapatita (HA) em fluido corporal simulado (SBF). Além disso, a apatita formada no revestimento proporcionou potencial de boa estabilidade a longo prazo. A figura 11 mostra a comparação de uma técnica para o Ti CP (ataque básico), onde o resultado já foi convincente, com a combinação das três outras técnicas (ataque básico, seguido de ataque ácido e tratamento térmico).

Figura 11 – MEV da superfície do Ti CP



Nota: (a) Ti CP que sofreu ataque básico e (b) Ti CP que sofreu ataque básico, ataque ácido e tratamento térmico

Fonte: Zhao *et al.* (2020)

### 3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Os materiais selecionados para a análise experimental do presente trabalho foram escolhidos devido à sua abrangente utilização no mercado de biomateriais metálicos, principalmente na confecção de implantes. Para tal, foi utilizada a liga Ti-6Al-4V e o Ti CP, fornecida pela Empresa Acnis do Brasil.

#### 3.1 Preparação das amostras

##### 3.1.1 Corte das amostras

Para a realização dos experimentos, inicialmente as chapas de Ti CP e da liga Ti-6Al-4V foram cortadas nas dimensões 20x100x3 mm, com auxílio da guilhotina TG 256 da fabricante Clark Machine disponível no Laboratório de Conformação Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Ponta Grossa (UTFPR-PG). A guilhotina utilizada está demonstrada na fotografia 1.

Fotografia 1 - Guilhotina Clark Machine TG 256



Fonte: Autoria própria (2022)

Após realizado o corte, as chapas foram submetidas novamente ao corte na guilhotina para obter amostras com dimensões aproximadas de 20x20x3 mm. Tais medidas foram escolhidas com base nas dimensões necessárias dos equipamentos para caracterização. Algumas amostras não puderam ser cortadas na guilhotina devido ao seu tamanho reduzido, impossibilitando o travamento da amostra na máquina. As amostras que não puderam ser cortadas na guilhotina foram cortadas utilizando a cortadeira de precisão Buehler Isomet 4000, com um disco abrasivo de

corte com 0,8 mm de espessura, um avanço de 1,5 mm/min e rotação de 4000 rpm. A fotografia 2 demonstra a cortadeira de precisão utilizada na preparação destas amostras, estando o equipamento disponível no Centro de Caracterização Multiusuário C<sup>2</sup>MMA.

**Fotografia 2 – Cortadeira de precisão Buehler Isomet 4000**



**Fonte: A autoria própria (2022)**

Este processo rendeu amostras com dimensões aproximadas de 20x20x3 mm tanto da liga Ti-6Al-4V, quanto do titânio comercialmente puro.

### 3.1.2 Lixamento superficial das amostras

Após o corte, as amostras passaram para o processo de lixamento com o auxílio da lixadeira e politriz semiautomática Buehler Beta, presente no Centro de Caracterização Multiusuário C<sup>2</sup>MMA da UTFPR-PG. Antes de iniciar o processo de lixamento superficial, todos os corpos de prova foram submetidos a um lixamento lateral com a lixa de 80 GR com a finalidade de reduzir os cantos vivos das amostras e retirar possíveis rebarbas oriundas do processo de corte. Depois de finalizado o processo de retirada das rebarbas, iniciou-se o processo de lixamento superficial. A lixadeira politriz semiautomática Buehler Beta está mostrada na fotografia 3.



**Fotografia 3 – Lixadeira e poltriz semiautomática Buehler Beta**



Fonte: Autoria própria (2022)

Durante o lixamento superficial, foram utilizados 4 suportes de alumínio com formato cilíndrico e diâmetro aproximado de 30 mm, conforme retratado na fotografia 4.

**Fotografia 4 – Suportes de alumínio**

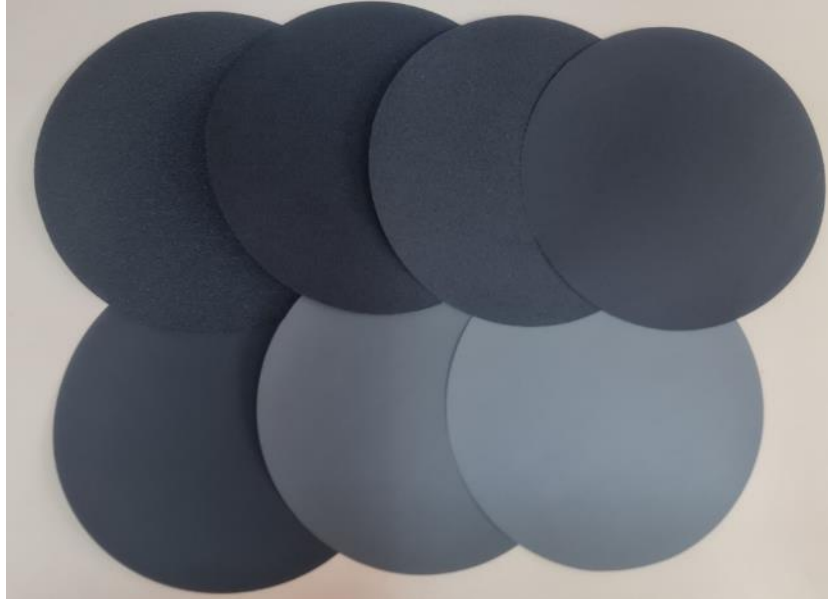


Fonte: Autoria própria (2022)

O preparo do processo de lixamento iniciou-se com o aquecimento do suporte com uma pequena quantidade de cera até a temperatura de 70 °C. Esta temperatura foi escolhida pois é neste ponto em que ocorre o derretimento da cera. A cera tem a finalidade de manter a amostra presa no suporte para que seja realizado o lixamento superficial.

Após atingir esta temperatura e a cera ser derretida por completo, a amostra foi colocada sobre o suporte, aguardado-se a cera e o suporte atingirem a temperatura ambiente, retornando a cera ao estado sólido. Com isso, a amostra foi lixada com rotação constante de 250 rpm e foram utilizadas as lixas de 80 GR, 120 GR, 220 GR, 320 GR, 400 GR, 800 GR e 1200 GR. As lixas utilizadas possuem formato circular e estão demonstradas na fotografia 5.

**Fotografia 5 – Lixas utilizadas no processo de preparação das amostras**



**Fonte: Aatoria própria (2022)**

O processo utilizado em cada lixa foi o seguinte: as amostras foram lixadas até que as linhas oriundas do lixamento anterior fossem visualmente retiradas, após isso, a amostra foi rotacionada 90° e o lixamento foi refeito até as linhas do lixamento anterior ficarem visualmente extintas. O tempo médio utilizado para cada lixa foi de aproximadamente 10 minutos. Esse processo foi feito para cada amostra obtida no processo de corte e para cada lixa descrita acima.

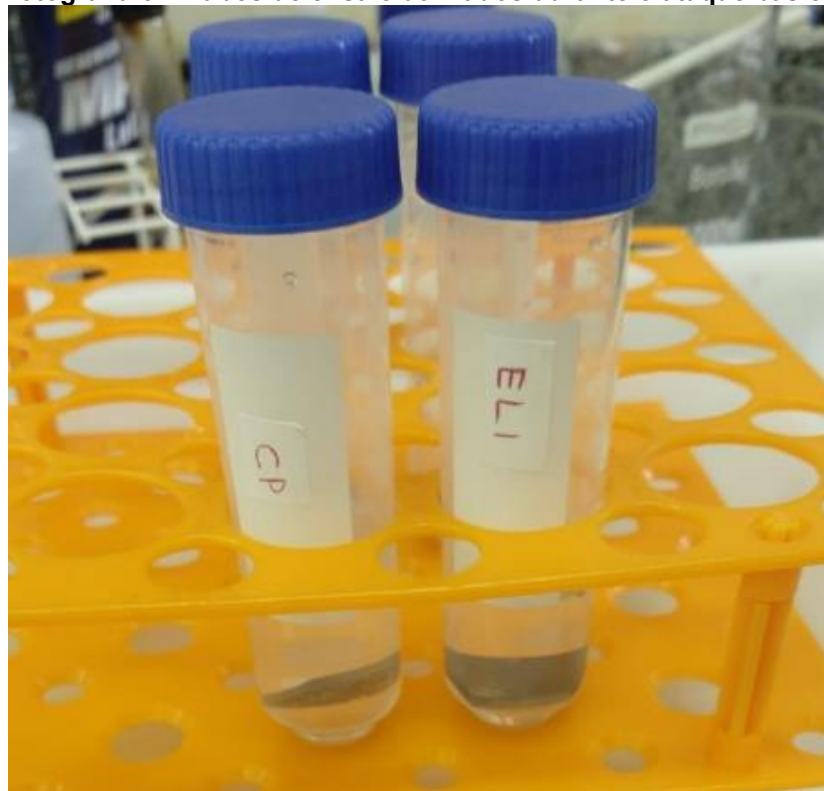
Após finalizado o lixamento superficial das amostras, a combinação suporte e amostra foi aquecida a 70 °C para que a cera fosse derretida novamente, e a amostra ficasse solta do suporte. As amostras foram armazenadas em pacotes plásticos com fechamento tipo *zip lock* e com dimensões 50x70 mm. Após armazenada a amostra, o ar no interior do pacote foi retirado por pressão nas laterais externas afim de evitar a oxidação superficial das amostras lixadas e cada pacote plástico foi identificado

### 3.2 Ataque básico nas amostras

Após a realização do lixamento superficial, as amostras foram submetidas ao ataque básico. Para isso, as amostras foram retiradas do pacote plástico com auxílio da pinça e foram alocadas em um bequer de vidro para que fosse feito a imersão em etanol durante 10 minutos. Depois da lavagem, os corpos de prova foram submersos em água destilada duas vezes para retirar todo resíduo de etanol existente. Este processo foi realizado individualmente para cada amostra, a fim de evitar o contato entre amostra e ar atmosférico.

Após a lavagem, as amostras foram secas com folha de papel com auxílio da pinça para que fosse realizado o ataque básico com solução aquosa de NaOH com molaridade de 5 molar. Para este ataque, as amostras foram colocadas dentro de tubos de ensaio plásticos e autoclaváveis com o auxílio da pinça, bem como com a utilização de luvas de látex e máscara de proteção. Foi adicionado hidróxido de sódio (5 M) até a imersão da amostra, conforme mostra a fotografia 6.

**Fotografia 6 – Tubos de ensaio utilizados durante o ataque básico**

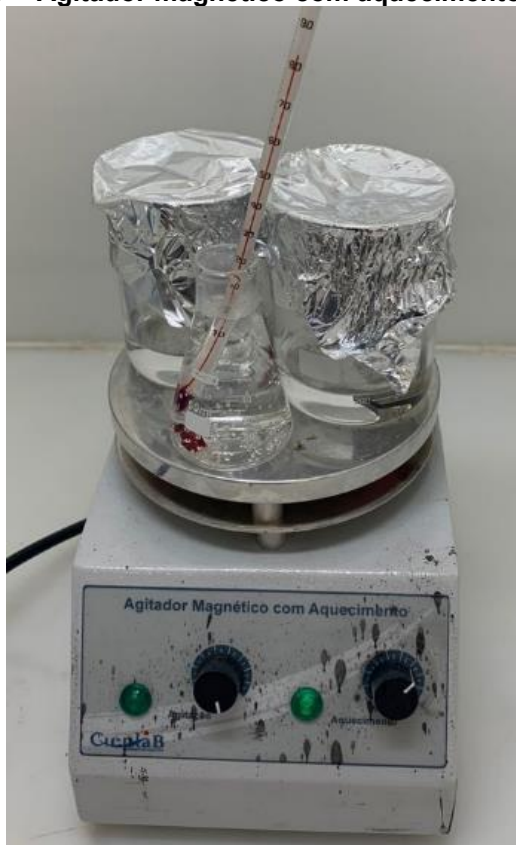


**Fonte: Autoria própria (2022)**

Para amostras à temperatura ambiente, os tubos de ensaio foram deixados dentro do Laboratório de Sistemas Nanoestruturados da UTFPR-PG pelo período de 6, 14, 24 e 137 horas. Para amostras à temperatura de 80 °C, foi utilizado o agitador

magnético com aquecimento Cienlab modelo CE-1540/I15, durante os tempos de 1, 2 e 3 horas, conforme disposto na fotografia 7. A manutenção da temperatura foi controlada utilizando um termômetro.

**Fotografia 7 – Agitador magnético com aquecimento CE-1540/I15**



**Fonte: Autoria própria (2022)**

Após passados os tempos estipulados acima, as amostras foram retiradas de dentro dos bequers com auxílio da pinça metálica e, utilizando máscara e luvas para proteção, as amostras foram lavadas duas vezes com água destilada.

Após a lavagem, as amostras foram secas e alocadas dentro dos pacotes plásticos identificados para posterior análise. Novamente, após o fechamento dos pacotes, o ar atmosférico presente dentro dos pacotes foi retirado por pressão, para evitar a oxidação das amostras.

### **3.3 Caracterização das amostras**

Após a realização do ataque básico nas amostras, procedeu-se à caracterização das amostras nos equipamentos citados abaixo.

### 3.3.1 MEV e EDS para caracterização

A caracterização da microestrutura presente na superfície das amostras foi realizada com auxílio do Microscópio Eletrônico de Varredura. O modelo utilizado para essa caracterização é o Vega 3, da marca TESCAN, presente no Centro de Caracterização Multiusuário C<sup>2</sup>MMA, demonstrando na fotografia 8.

**Fotografia 8 – Microscópio Eletrônico de Varredura Vega 3**



**Fonte: Autoria própria (2022)**

Para avaliar os compostos químicos existentes nas amostras, foi empregada a espectroscopia de raio X por dispersão em energia. Com isto, foi necessário o uso do sensor EDS da marca Oxford, modelo X-act, acoplado diretamente no Microscópio Eletrônico de Varredura modelo Vega 3, da marca TESCAN, acondicionado no mesmo laboratório que o MEV e mostrado na fotografia 9.

**Fotografia 9 – Sensor EDS X-act**



**Fonte: Autoria própria (2022)**

### 3.3.2 Microscopia óptica para caracterização superficial

A técnica de microscopia óptica foi utilizada para a análise da porosidade das amostras. Para isso, foi utilizado o microscópio óptico da marca Zeiss, modelo A2.M, presente no Centro de Caracterização Multiusuário C<sup>2</sup>MMA demonstrado na fotografia abaixo.

**Fotografia 10 – Microscópio óptico A2.M**



**Fonte: Autoria própria (2022)**

### 3.3.3 Perfilometria para caracterização superficial

A técnica de perfilometria foi empregada para aquisição de dados topográficos tridimensionais da superfície das amostras após a realização do ataque básico. Para a aquisição desses dados, foi utilizado o perfilômetro Taylor Hobson CCI Lite, mostrado na fotografia 11.

**Fotografia 11 – Perfilômetro CCI Lite**



**Fonte: Autoria própria (2022)**

Os parâmetros utilizados foram calculados com base na parte 2 da norma ISO 25178 (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, 2012). Esses dados foram utilizados posteriormente para avaliar a rugosidade das amostras após ataque, onde o parâmetro utilizado foi o da rugosidade superficial média ( $S_a$ ). Este parâmetro pode ser entendido como a altura média obtida sobre toda a superfície medida.

## 4 RESULTADOS

Após realizados os experimentos contidos no item de preparação das amostras, obtivemos 8 amostras da liga Ti-6Al-4V e 8 amostras para o titânio comercialmente puro. As amostras estão demonstradas na fotografia 12.

**Fotografia 12 – Amostras obtidas durante o experimento**



Fonte: Autoria própria (2022)

### 4.1 Ataque básico nas amostras

Das amostras demonstradas na fotografia 13, 14 delas foram submetidas ao ataque básico e duas foram utilizadas como contra-prova. A tabela 8 traz a nomenclatura adotada de cada amostra e os parâmetros utilizados no ataque básico.

**Tabela 8 – Ataque básico das amostras em diferentes tempos de exposição e temperaturas, mantendo a concentração de NaOH a 5M**

Nome da amostra	Tempo de exposição (horas)	Temperatura de exposição (°C)
Ti CP – base	-	-
Ti CP – 6H-25C	6	25
Ti CP – 14H-25C	14	25
Ti CP – 24H-25C	24	25
Ti CP – 137H-25C	137	25
Ti CP – 1H-80C	1	80
Ti CP – 2H-80C	2	80
Ti CP – 3H-80C	3	80
Ti-6Al-4V – base	-	-
Ti-6Al-4V – 6H-25C	6	25
Ti-6Al-4V – 14H-25C	14	25
Ti-6Al-4V – 24H-25C	24	25
Ti-6Al-4V – 137H-25C	137	25

(continua)



**Tabela 8 – Ataque básico das amostras em diferentes tempos de exposição e temperaturas, mantendo a concentração de NaOH a 5M**

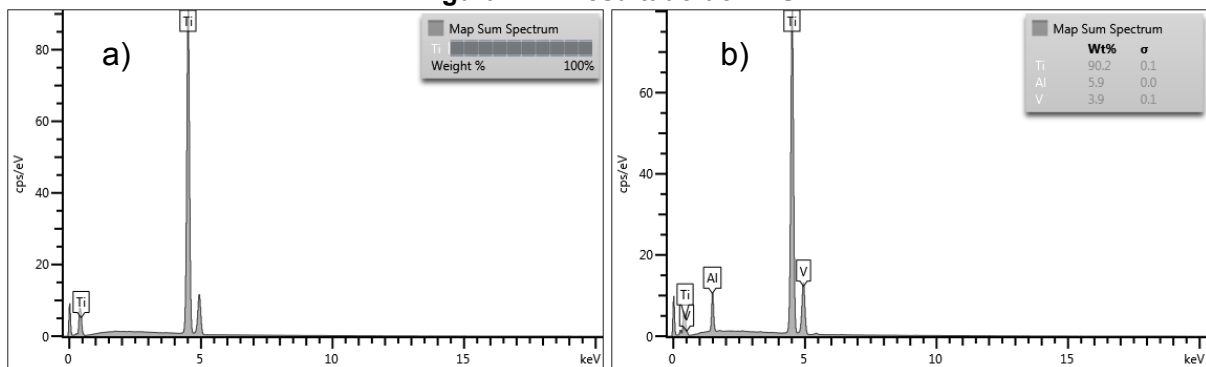
Nome da amostra	Tempo de exposição (h)	Temperatura de exposição (°C)	(conclusão)
Ti-6Al-4V - 1H-80C	1	80	
Ti-6Al-4V - 2H-80C	2	80	
Ti-6Al-4V - 3H-80C	3	80	

Fonte: Autoria própria (2022)

## 4.2 Caracterização das amostras

Para fazer a caracterização das amostras, foi realizado o ensaio de espectroscopia de raio X por dispersão de energia. Esta técnica tem a finalidade de investigar a composição química das amostras de Ti CP e da liga Ti-6Al-4V. Os ensaios foram realizados pelo grupo do Laboratório de Sistemas Nanoestruturados da UTFPR, e estão dispostas na figura 12.

**Figura 12 – Resultado do EDS**



Nota: (a) Titânio comercialmente puro (b) Liga de titânio, alumínio e vanádio

Fonte: Fidelix *et al.* (2022)

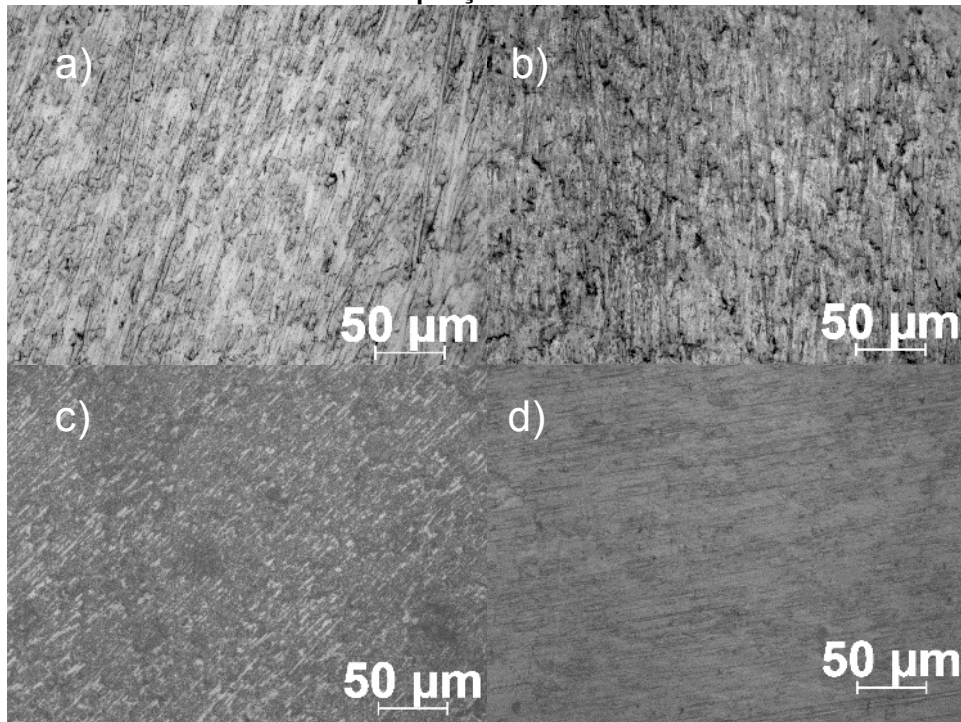
Analisando a figura, vemos os picos característicos para o titânio comercialmente puro. A soma do espectro mostra que a composição química da amostra testada chega a 100% de titânio. Para a liga Ti-6Al-4V, podemos visualizar os picos que representam os elementos titânio, alumínio e vanádio, e, ao observar a soma do espectro, vemos que esta liga é composta por 90,2% de titânio, 5,9% de alumínio e 3,9% de vanádio, sendo todas as porcentagens em peso de elemento por peso da liga. Com isso, podemos confirmar que a composição química utilizada está de acordo com a especificada pelo fabricante.

## 4.3 Influência do tempo de exposição à temperatura de 80 °C

Após realizada a caracterização química das amostras, foram realizados os ensaios não destrutivos, nas amostras que sofreram o ataque básico a 80 °C. Para

isso, foi utilizado o microscópio óptico e, este ensaio teve como finalidade analisar a rugosidade superficial de cada amostra. Foram feitas imagens com ampliações de 50x e 100x, as quais estão dispostas nas figuras 13 e 14, para o titânio comercialmente puro, e, nas figuras 15 e 16, para a liga Ti-6Al-4V.

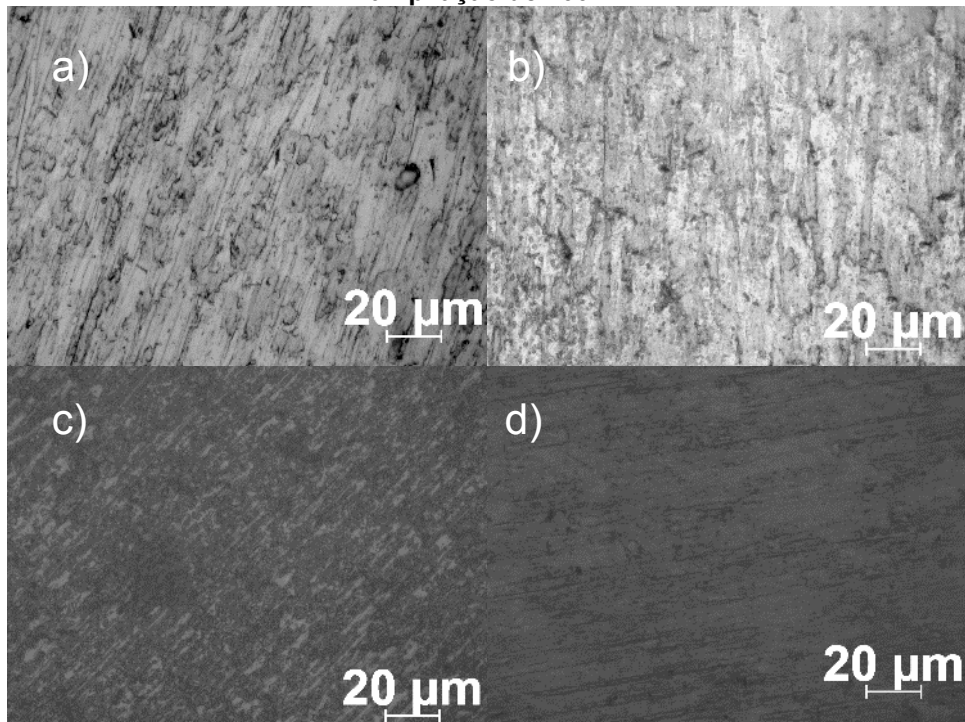
**Figura 13 – MO das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 50x**



**Nota: (a) Ti CP sem ataque básico (b) Ti CP com 1 hora de ataque básico (c) Ti CP com 2 horas de ataque básico (d) Ti CP com 3 horas de ataque básico**

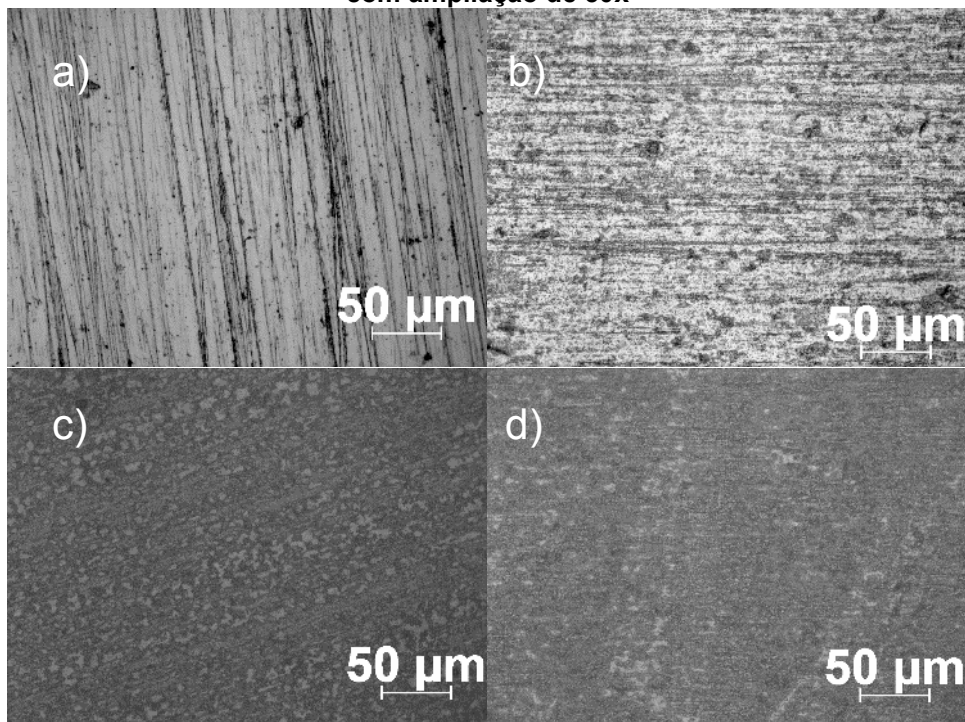
**Fonte: Autoria própria (2022)**

**Figura 14 – MO das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 100x**



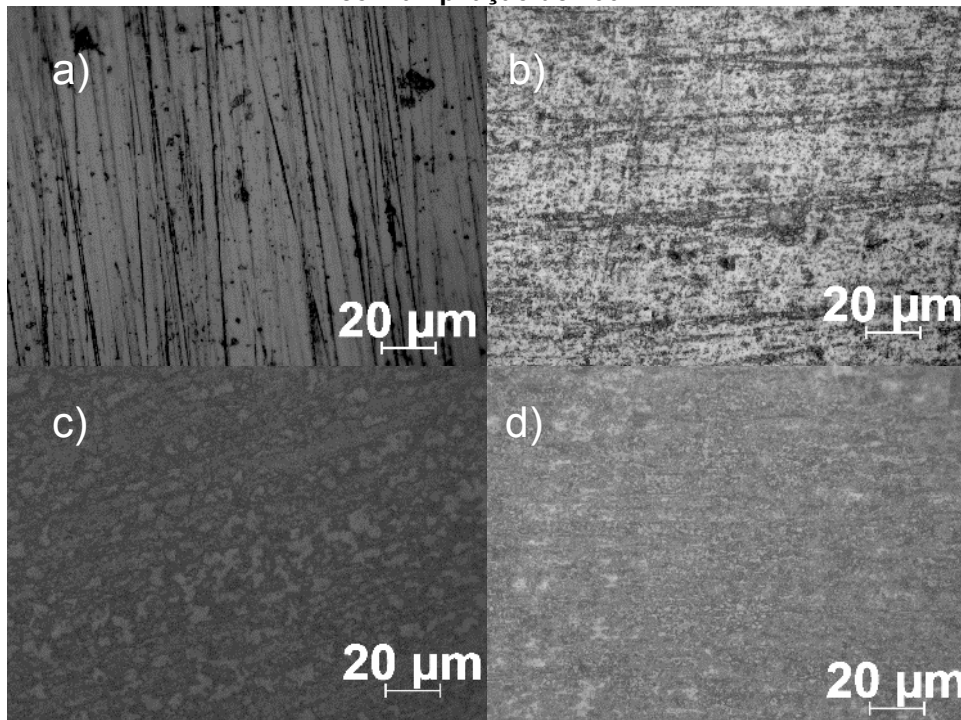
**Nota: (a) Ti CP sem ataque básico (b) Ti CP com 1 hora de ataque básico (c) Ti CP com 2 horas de ataque básico (d) Ti CP com 3 horas de ataque básico**  
**Fonte: Autoria própria (2022)**

**Figura 15 – MO das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 50x**



**Nota: (a) Ti-6Al-4V sem ataque básico (b) Ti-6Al-4V com 1 hora de ataque básico (c) Ti-6Al-4V com 2 horas de ataque básico (d) Ti-6Al-4V com 3 horas de ataque básico**  
**Fonte: Autoria própria (2022)**

**Figura 16 – MO das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 100x**

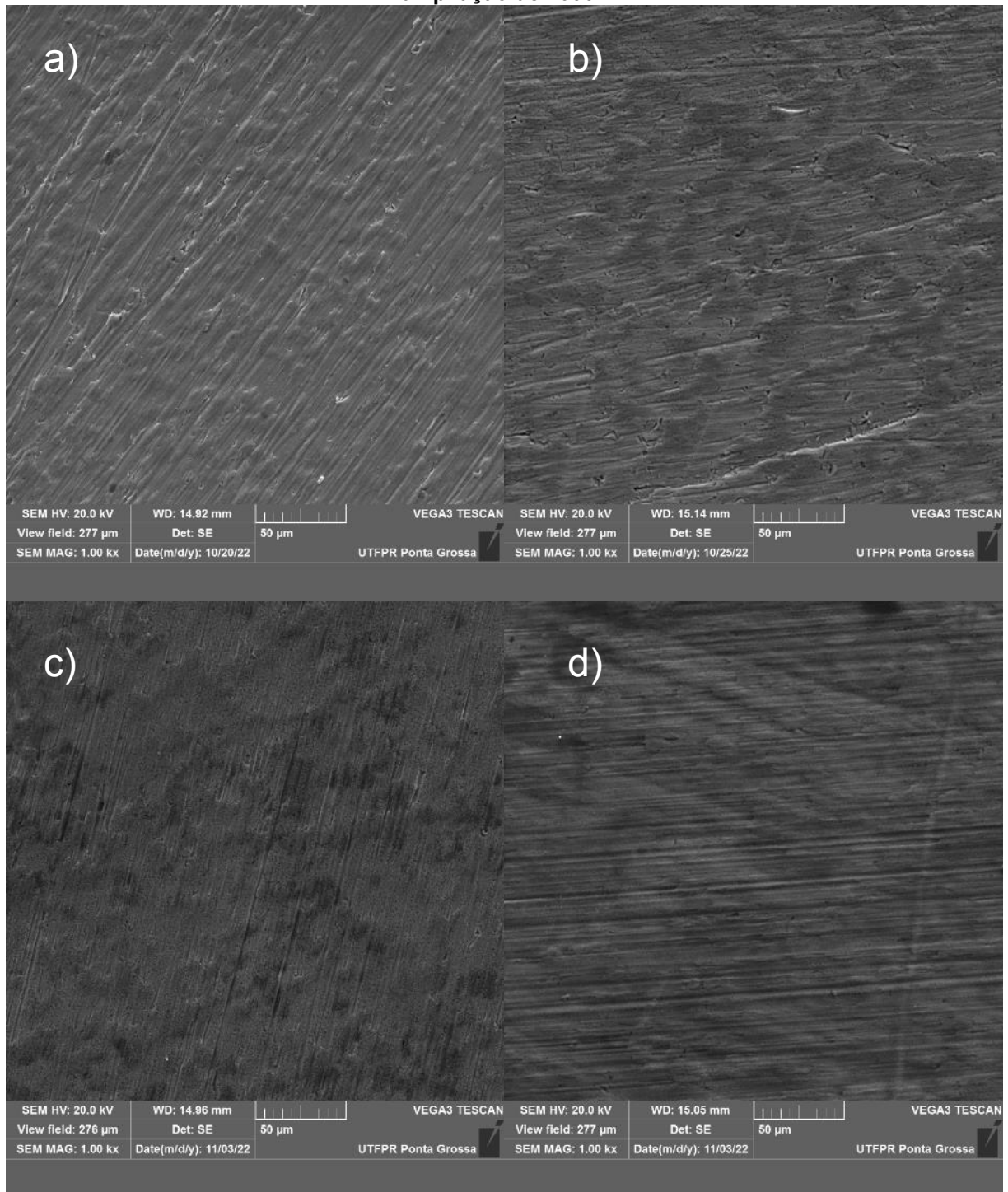


**Nota: (a) Ti-6Al-4V sem ataque básico (b) Ti-6Al-4V com 1 hora de ataque básico (c) Ti-6Al-4V com 2 horas de ataque básico (d) Ti-6Al-4V com 3 horas de ataque básico**  
**Fonte: Autoria própria (2022)**

A partir destas amostras, é possível identificar direções preferenciais de lixamento em todas as amostras. Além disso, quanto à rugosidade, é possível notar pontos com outras tonalidades, tanto nas imagens com 50x quanto nas imagens com 100x de aumento, sendo os pontos maiores nas amostras que sofreram os ataques básicos por 2 horas, onde esses podem ser entendidos como resultado da alteração superficial nas amostras. Além disso, realizando a comparação entre as amostras de titânio comercialmente puro e titânio com alumínio e vanádio, sob as mesmas condições, vemos a existência de mais pontos nas amostras da liga Ti-6Al-4V do que nas amostras de Ti CP.

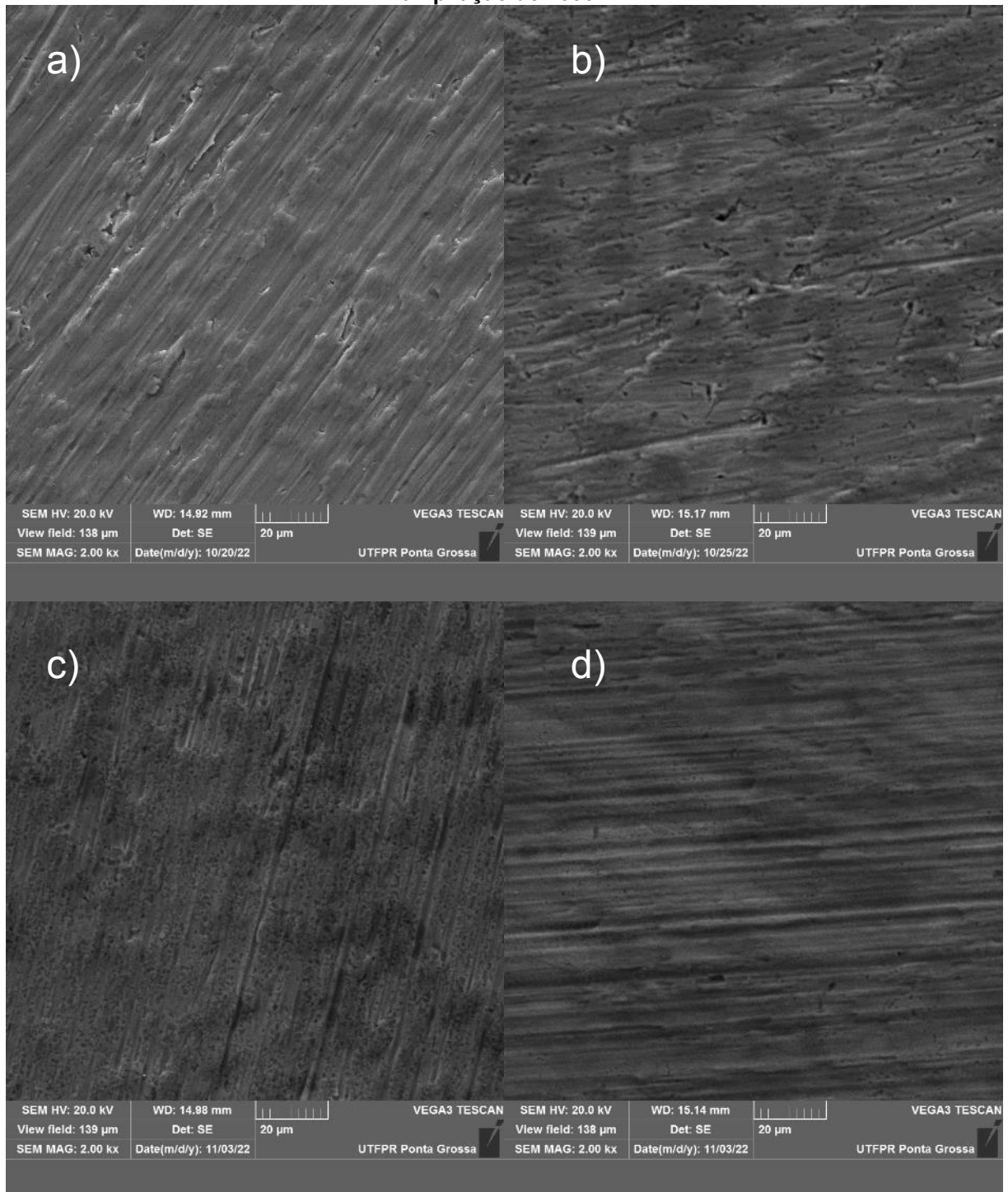
Outro ensaio realizado nas amostras foi o ensaio de MEV. Este ensaio teve a finalidade de confirmar os dados encontrados no microscópio óptico. Os dados estão dispostos nas figuras 17, 18 e 19 para o titânio comercialmente puro e nas figuras 20, 21 e 22 para a liga Ti-6Al-4V.

**Figura 17 – MEV das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 1000x**



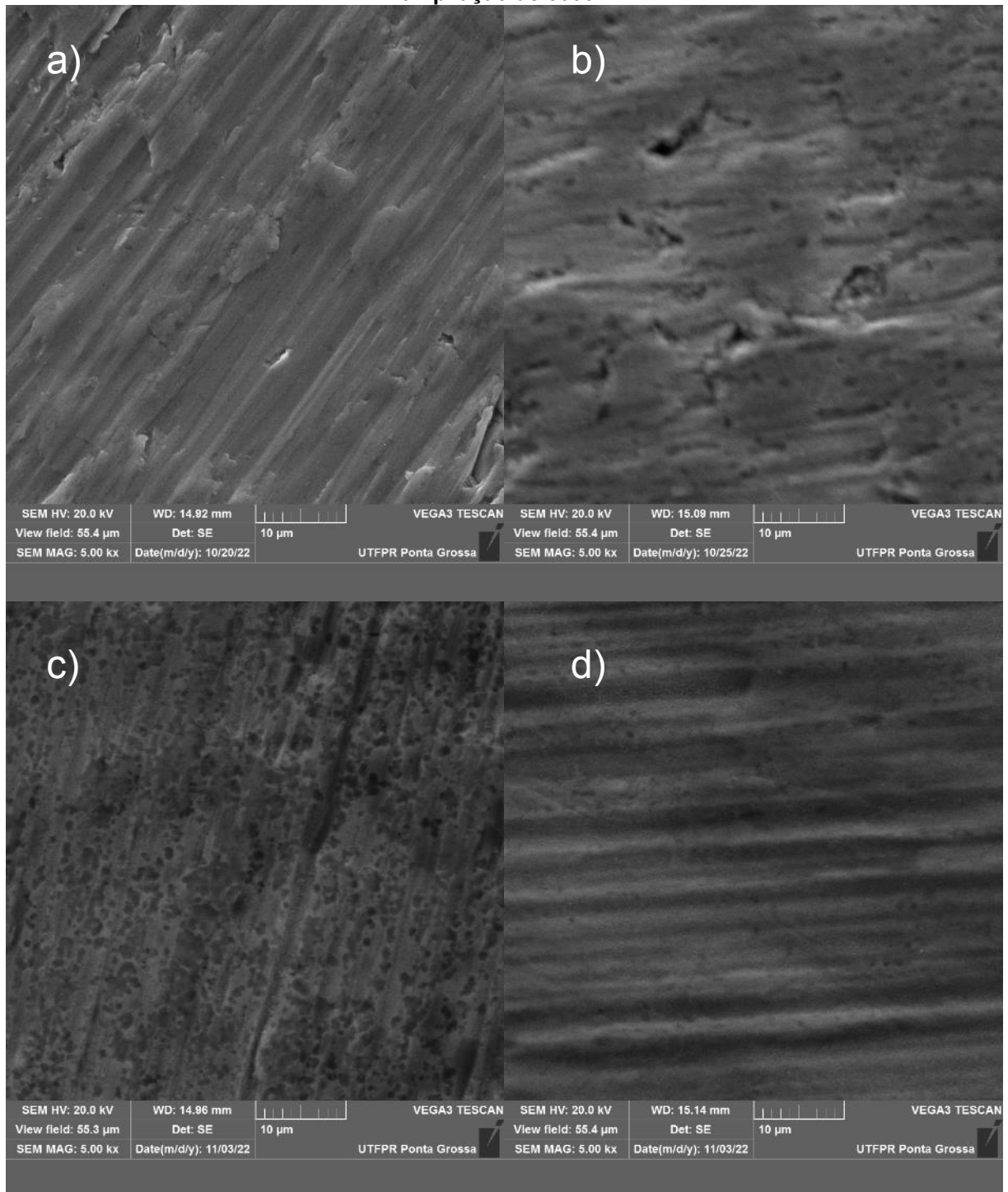
**Nota: (a) Ti CP sem ataque básico (b) Ti CP com 1 hora de ataque básico (c) Ti CP com 2 horas de ataque básico (d) Ti CP com 3 horas de ataque básico**  
**Fonte: Aatoria própria (2022)**

**Figura 18 – MEV das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 2000x**



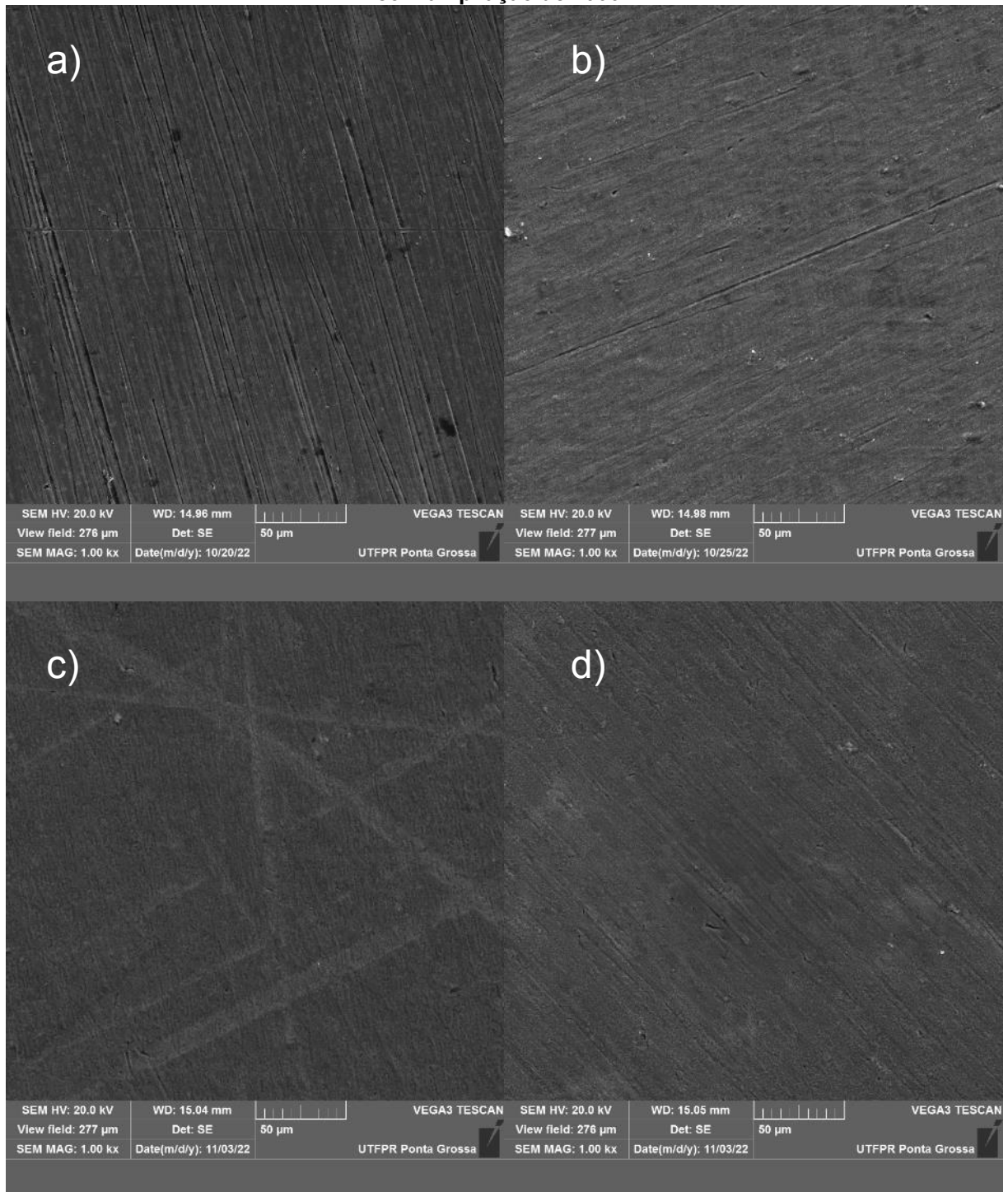
**Nota: (a) Ti CP sem ataque básico (b) Ti CP com 1 hora de ataque básico (c) Ti CP com 2 horas de ataque básico (d) Ti CP com 3 horas de ataque básico**  
**Fonte: A autoria própria (2022)**

**Figura 19 – MEV das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 5000x**



**Nota: (a) Ti CP sem ataque básico (b) Ti CP com 1 hora de ataque básico (c) Ti CP com 2 horas de ataque básico (d) Ti CP com 3 horas de ataque básico**  
**Fonte: Autoria própria (2022)**

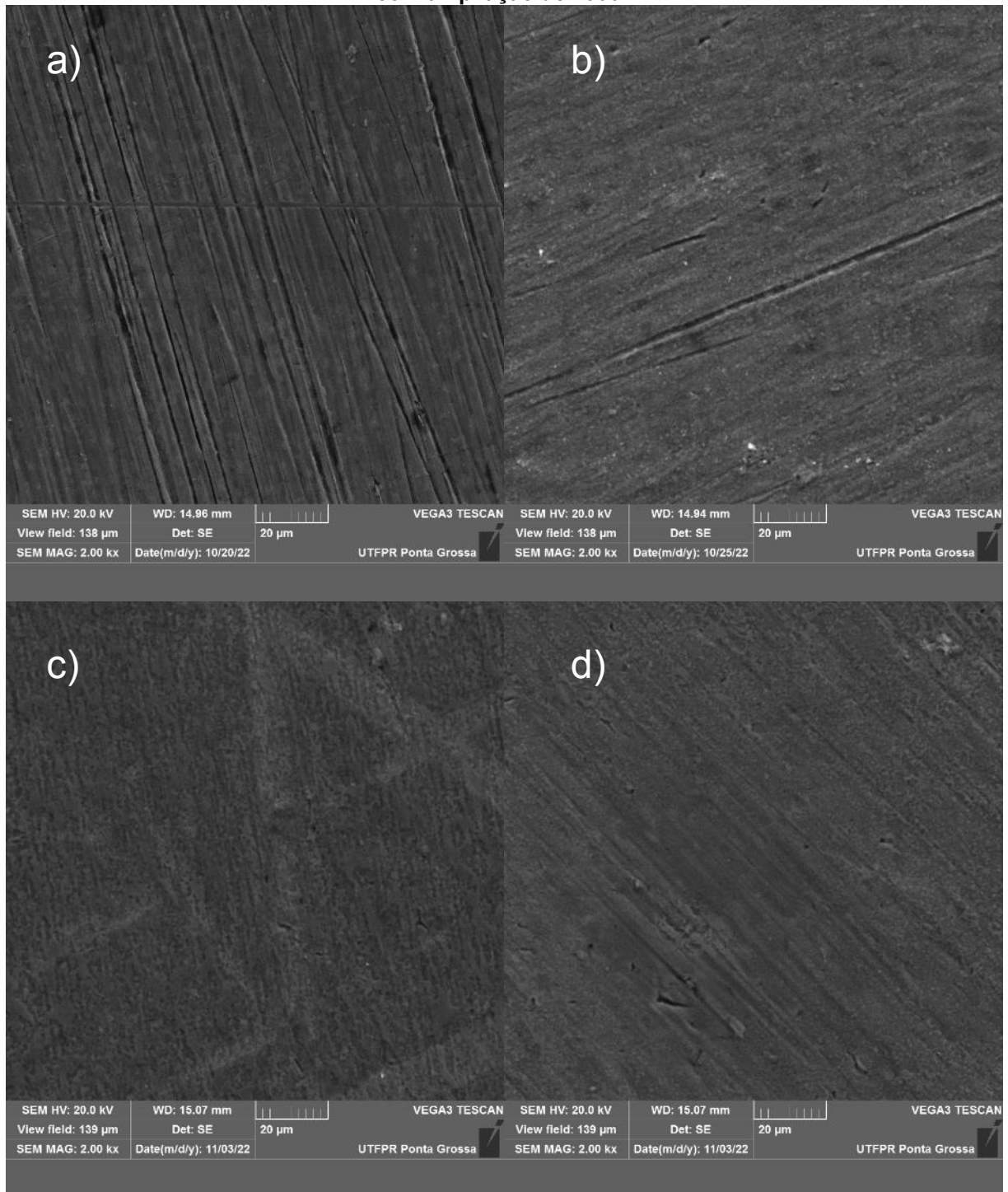
**Figura 20 – MEV das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 1000x**



**Nota: (a) Ti-6Al-4V sem ataque básico (b) Ti-6Al-4V com 1 hora de ataque básico (c) Ti-6Al-4V com 2 horas de ataque básico (d) Ti-6Al-4V com 3 horas de ataque básico**  
**Fonte: A autoria própria (2022)**

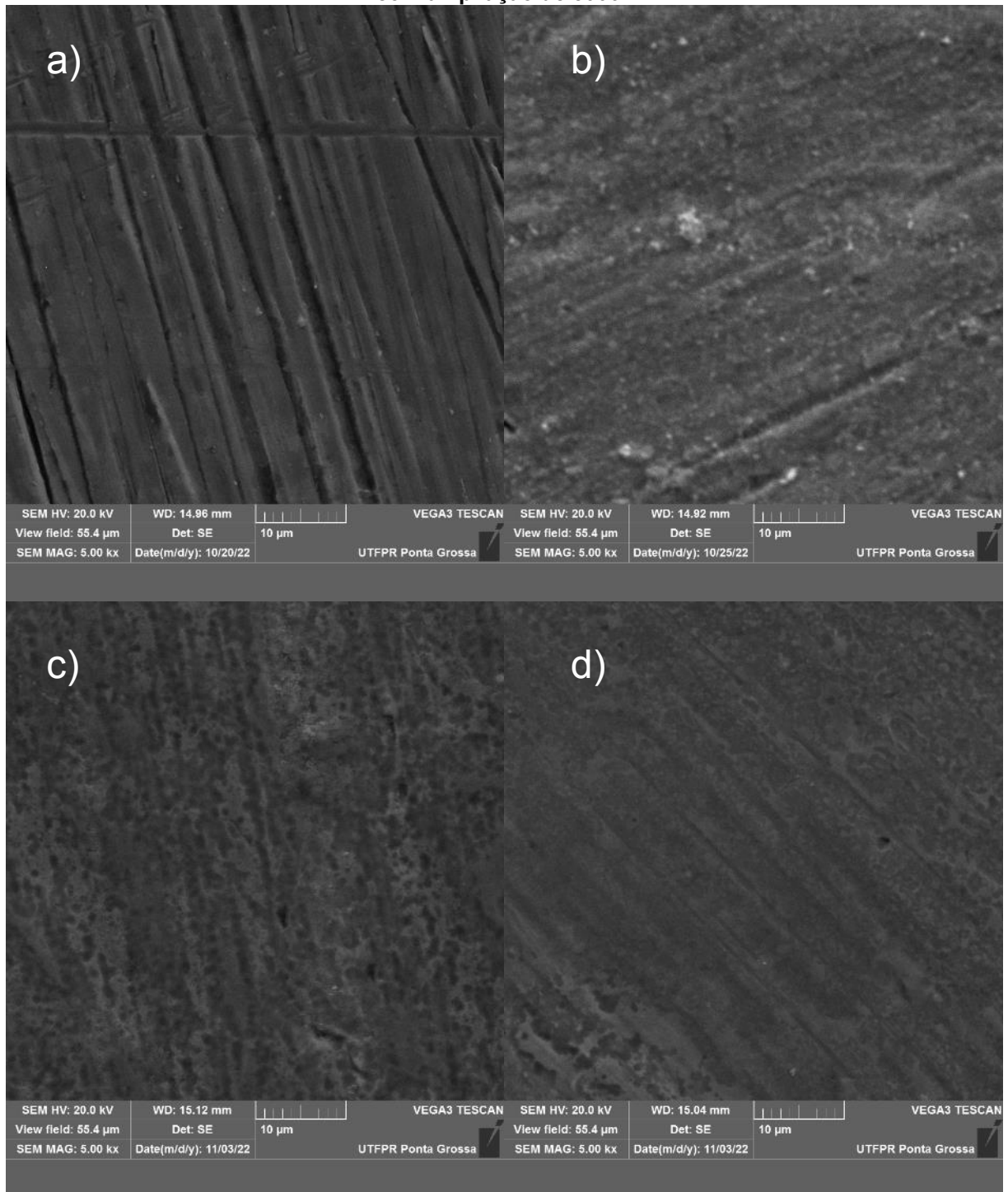


**Figura 21 – MEV das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 2000x**



**Nota: (a) Ti-6Al-4V sem ataque básico (b) Ti-6Al-4V com 1 hora de ataque básico (c) Ti-6Al-4V com 2 horas de ataque básico (d) Ti-6Al-4V com 3 horas de ataque básico**  
**Fonte: A autoria própria (2022)**

**Figura 22 – MEV das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C com ampliação de 5000x**



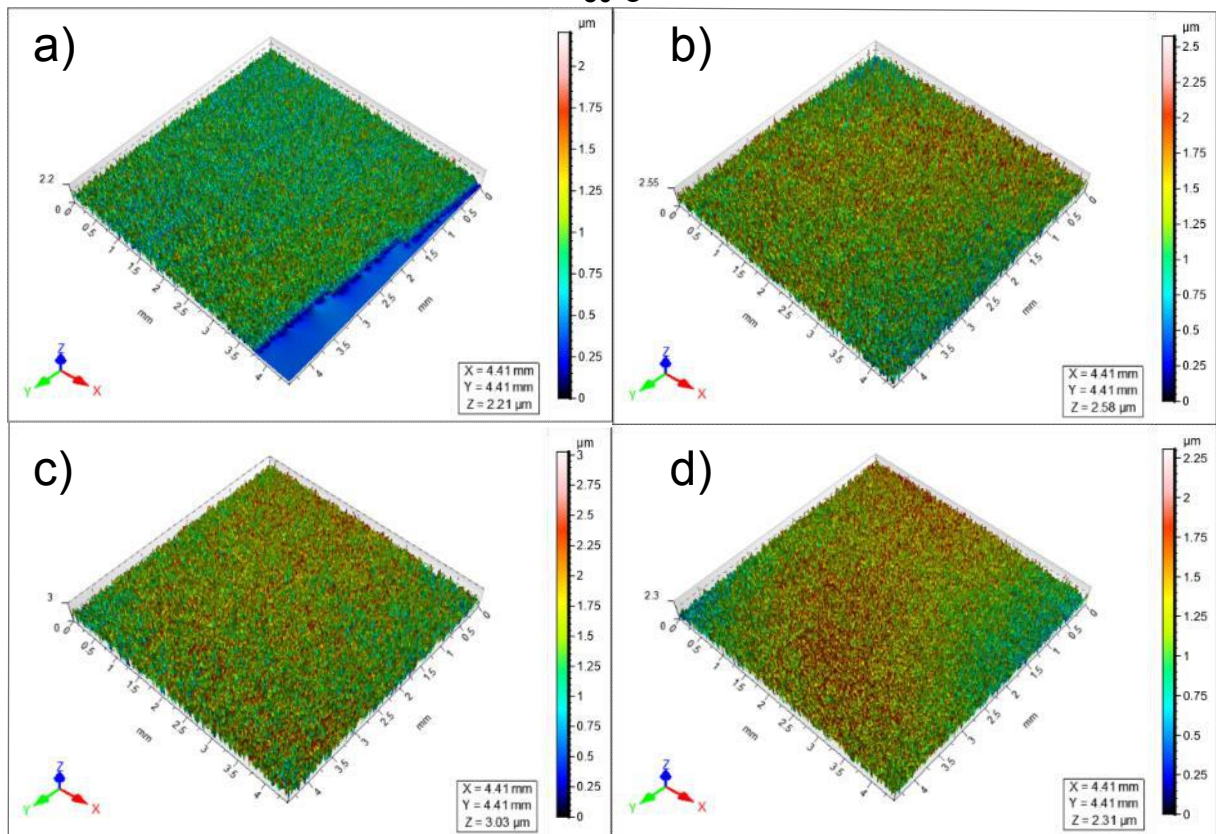
**Nota: (a) Ti-6Al-4V sem ataque básico (b) Ti-6Al-4V com 1 hora de ataque básico (c) Ti-6Al-4V com 2 horas de ataque básico (d) Ti-6Al-4V com 3 horas de ataque básico**  
**Fonte: A autoria própria (2022)**

Inicialmente, é possível confirmar a existência de direções preferenciais de lixamento nas amostras. Indo além, é possível notar pontos com outras tonalidades em todas as amostras, sendo os pontos maiores nas amostras que sofreram os ataques básicos por 2 horas, exatamente como ocorreu com os dados vistos no

microscópio óptico. Para finalizar os dados do MEV, vemos a existência de mais pontos nas amostras da liga Ti-6Al-4V do que nas amostras de Ti CP.

O último ensaio de caracterização realizado nas amostras foi o ensaio de perfilometria. Neste ensaio, é obtida a topografia das amostras, e são demonstrados os picos e vales relativos às alterações superficiais. As imagens obtidas dos ensaios de perfilometria estão dispostas na figura 23 para o Ti CP, na figura 24 para a liga Ti-6Al-4V. As rugosidades obtidas de cada amostra submetidas ao ataque básico a 80 °C estão demonstradas na tabela 9.

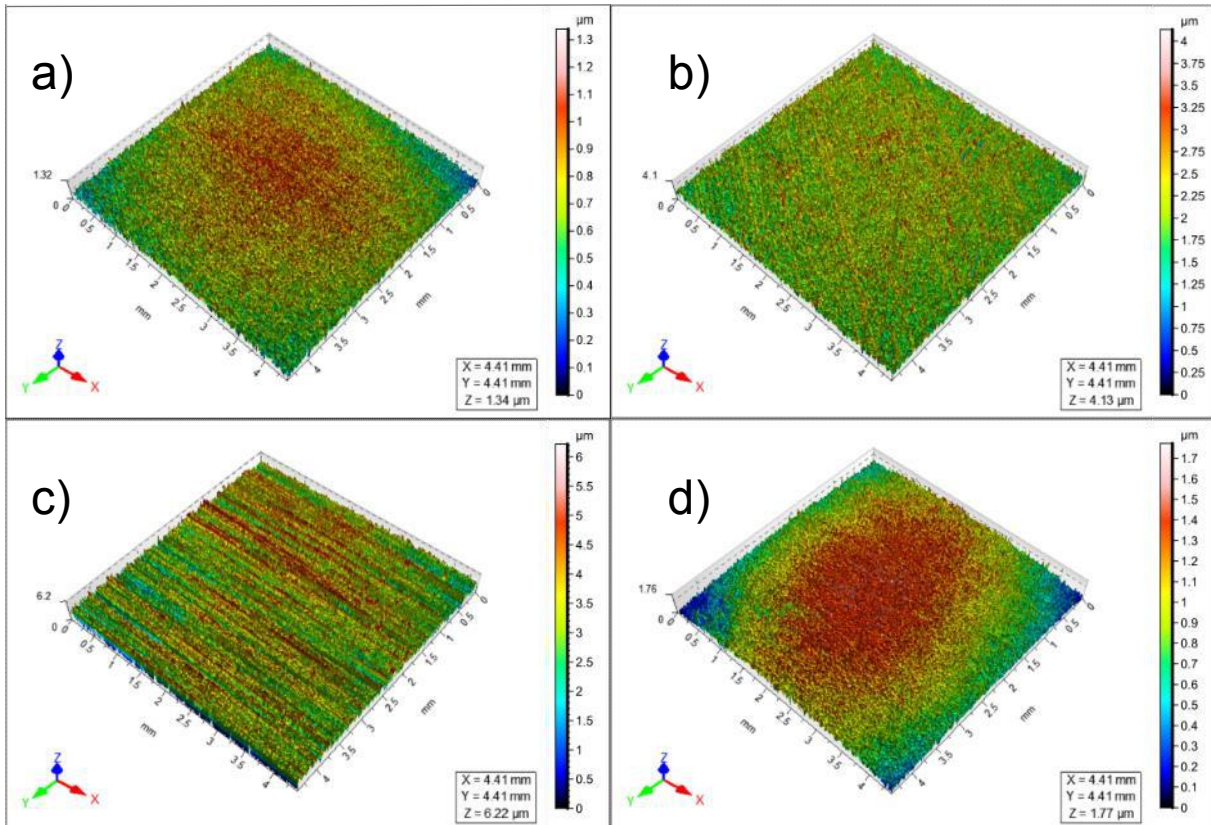
**Figura 23 – Perfilometria das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C**



**Nota: (a) Ti CP sem ataque básico (b) Ti CP com 1 hora de ataque básico (c) Ti CP com 2 horas de ataque básico (d) Ti CP com 3 horas de ataque básico**

**Fonte: Autoria própria (2022)**

**Figura 24 – Perfilometria das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C**



**Nota: (a) Ti-6Al-4V sem ataque básico (b) Ti-6Al-4V com 1 hora de ataque básico (c) Ti-6Al-4V com 2 horas de ataque básico (d) Ti-6Al-4V com 3 horas de ataque básico**

**Fonte: Autoria própria (2022)**

**Tabela 9 – Rugosidade superficial das amostras Ti CP e Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 80°C**

Nome da amostra	Rugosidade superficial – Sa (µm)
Ti CP – base	0,236
Ti CP – 1H-80C	0,364
Ti CP – 2H-80C	0,439
Ti CP – 3H-80C	0,295
Ti-6Al-4V – base	0,116
Ti-6Al-4V – 1H-80C	0,130
Ti-6Al-4V – 2H-80C	0,679
Ti-6Al-4V – 3H-80C	0,134

**Fonte: Autoria própria (2022)**

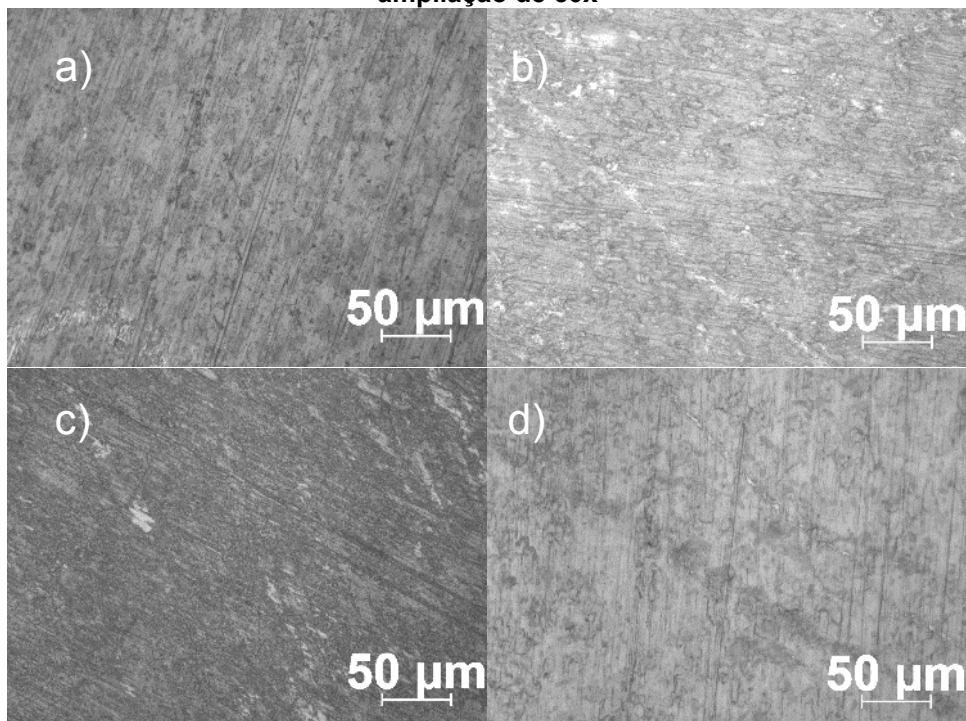
Com esse ensaio, é possível notar o aumento de rugosidade em todas as amostras de forma numérica, sendo a amostra Ti-6Al-4V – 2H-80C a que demonstrou maior aumento, no valor de 0,679 µm. Confirmando os dados obtidos através das técnicas de MEV e de microscopia óptica, temos que as amostras que tiveram a maior rugosidade foram as amostras que sofreram o ataque a 2 horas, ao invés da amostra de 3 horas, obtendo os valores de 0,439 µm para o Ti CP e 0,679 µm para o Ti-6Al-4V. A última análise a ser feita é referente à composição química das amostras, ou seja, a comparação entre o Ti CP e a liga, sob as mesmas condições, sendo que os

ensaios de perfilometria confirmaram os ensaios anteriores, onde obtivemos a maior rugosidade para a amostra da liga Ti-6Al-4V, quando comparada com o Ti CP, o que pode ser explicado por pequenas diferenças entre as propriedades mecânicas e estruturais dos dois materiais.

#### 4.4 Influência do tempo de exposição à temperatura ambiente de 25 °C

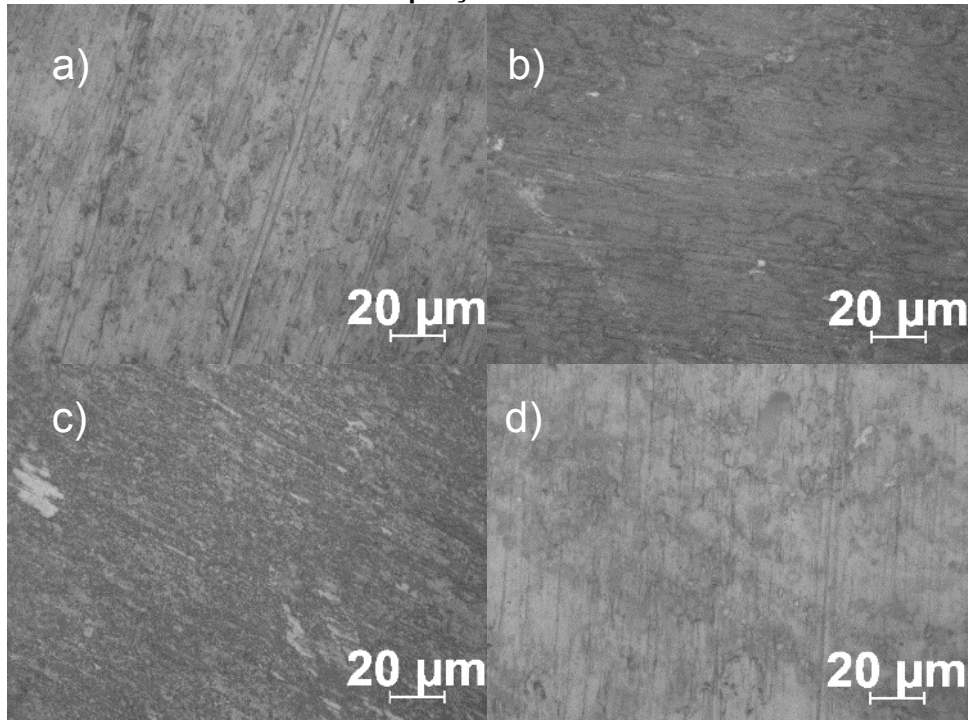
De igual modo, das amostras que sofreram o ataque básico à temperatura de 80 °C, foram realizados ensaios não destrutivos nas amostras que sofreram o ataque básico à temperatura ambiente (25 °C). Com isso, realizou-se o ensaio utilizando o microscópio óptico, para que fosse possível analisar a rugosidade superficial destas amostras. Os parâmetros utilizados nas imagens seguem os padrões do mesmo ensaio realizado para as amostras que sofreram o ataque básico a 80 °C, ou seja, foram feitas imagens com ampliações de 50x e 100x e os resultados estão dispostos nas figuras 25 e 26 para o titânio comercialmente puro e nas figuras 27 e 28 para a liga Ti-6Al-4V.

**Figura 25 – MO das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 50x**



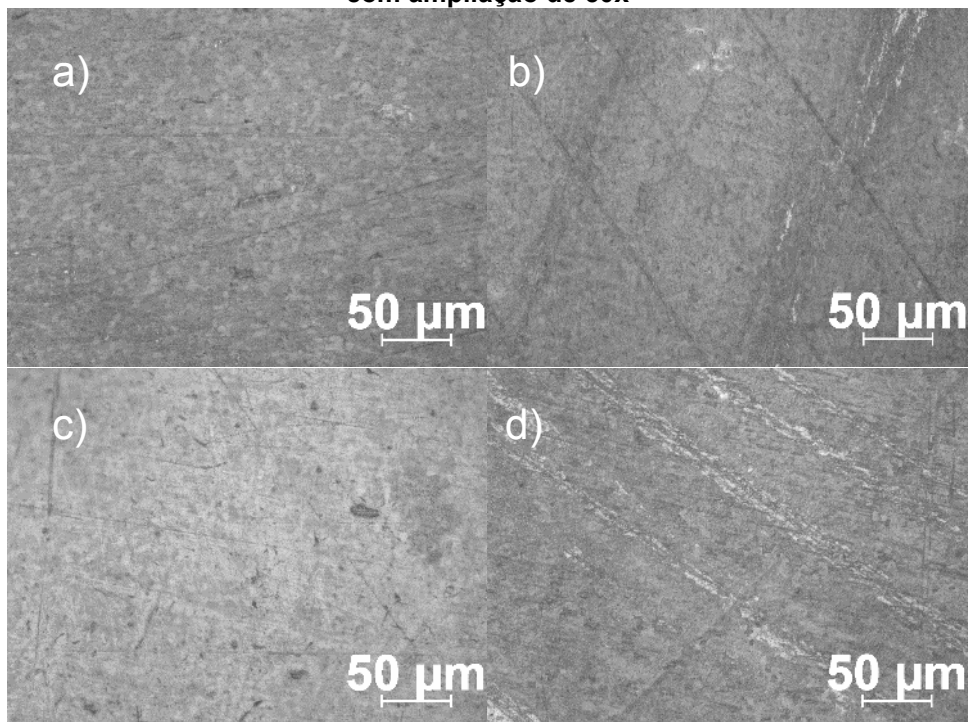
**Nota: (a) Ti CP com 6 horas de ataque básico (b) Ti CP com 14 horas de ataque básico (c) Ti CP com 24 horas de ataque básico (d) Ti CP com 137 horas de ataque básico**  
**Fonte: Autoria própria (2022)**

**Figura 26 – MO das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 100x**



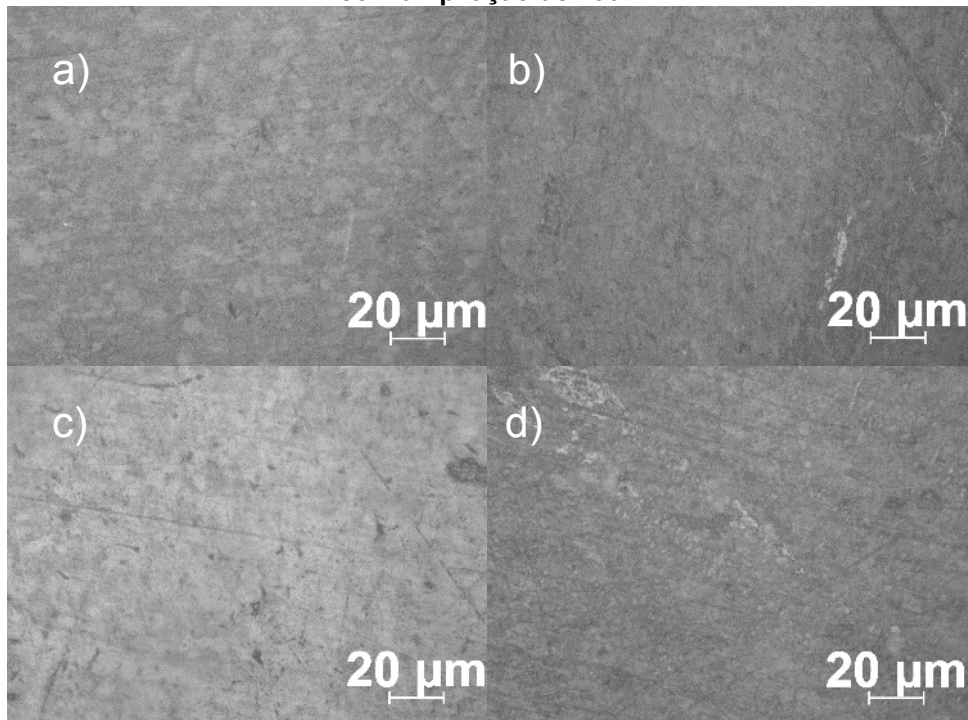
**Nota: (a) Ti CP com 6 horas de ataque básico (b) Ti CP com 14 horas de ataque básico (c) Ti CP com 24 horas de ataque básico (d) Ti CP com 137 horas de ataque básico**  
**Fonte: Autoria própria (2022)**

**Figura 27 – MO das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 50x**



**Nota: (a) Ti-6Al-4V com 6 horas de ataque básico (b) Ti-6Al-4V com 14 horas de ataque básico (c) Ti-6Al-4V com 24 horas de ataque básico (d) Ti-6Al-4V com 137 horas de ataque básico**  
**Fonte: Autoria própria (2022)**

**Figura 28 – MO das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 100x**

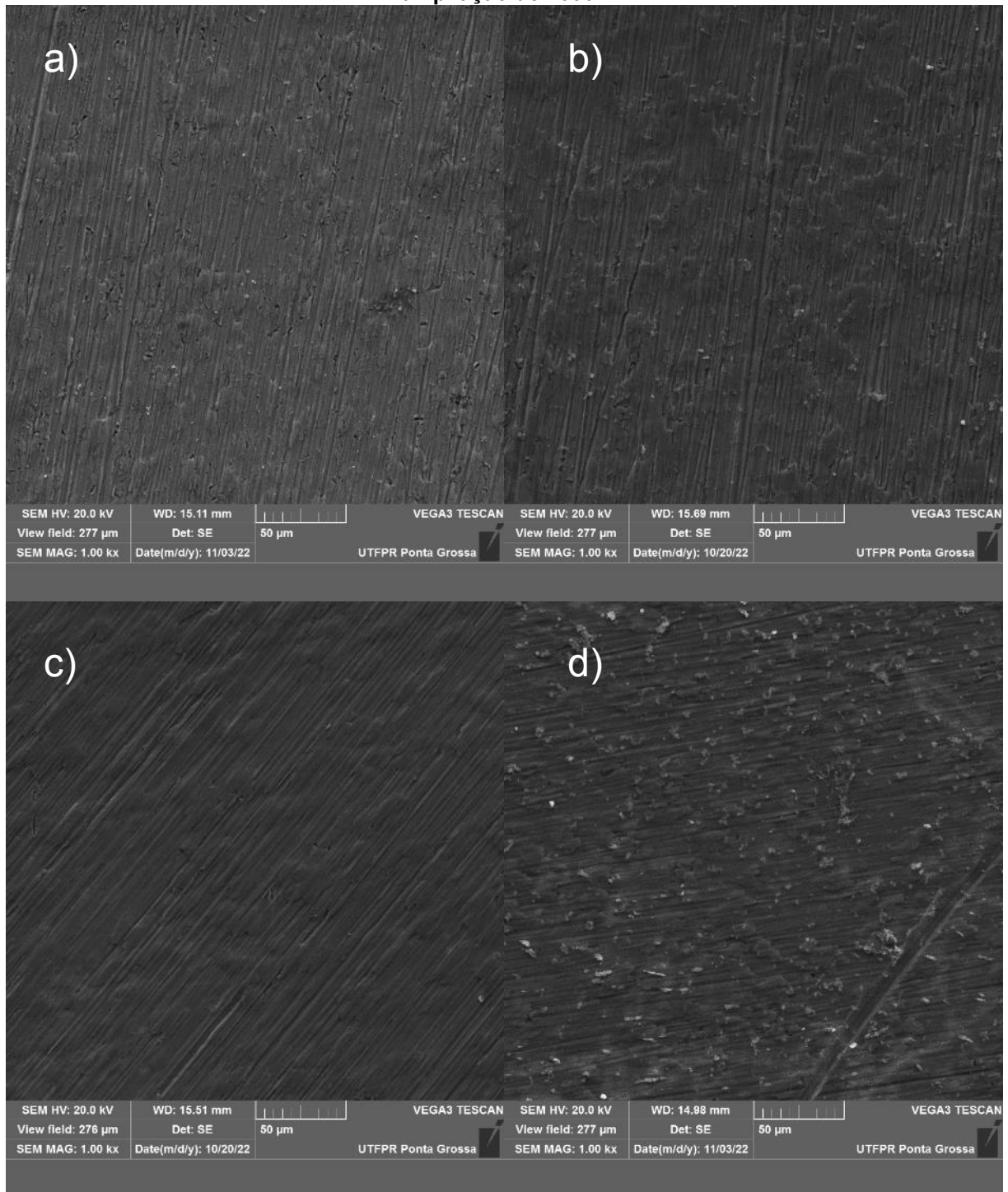


**Nota: (a) Ti-6Al-4V com 6 horas de ataque básico (b) Ti-6Al-4V com 14 horas de ataque básico (c) Ti-6Al-4V com 24 horas de ataque básico (d) Ti-6Al-4V com 137 horas de ataque básico  
Fonte: Autoria própria (2022)**

Seguindo-se as amostras que sofrem ataque a temperatura de 80 °C, é possível identificar direções preferenciais de lixamento em todas as amostras. Quanto à rugosidade, é possível notar pontos com tonalidade diferente em todas amostras, tanto aquelas que tiveram curta exposição (6, 14 e 24 horas) quanto aquelas que tiveram longa exposição (137 horas), havendo mais pontos nas amostras que sofreram os ataques básicos por 137 horas. Comparando as amostras de titânio comercialmente puro e titânio com alumínio e vanádio, submetidas às mesmas condições, notamos a existência de mais pontos de tonalidades diferentes na liga Ti-6Al-4V, quando comparada com o Ti CP.

Seguindo-se para o ensaio de MEV, onde a finalidade foi afirmar os dados vistos no microscópio óptico, novamente foram utilizadas as ampliações de 1000x, 2000x e 5000x e os dados estão dispostos nas figuras 29, 30 e 31 para o titânio comercialmente puro e nas figuras 32, 33 e 34 para a liga Ti-6Al-4V.

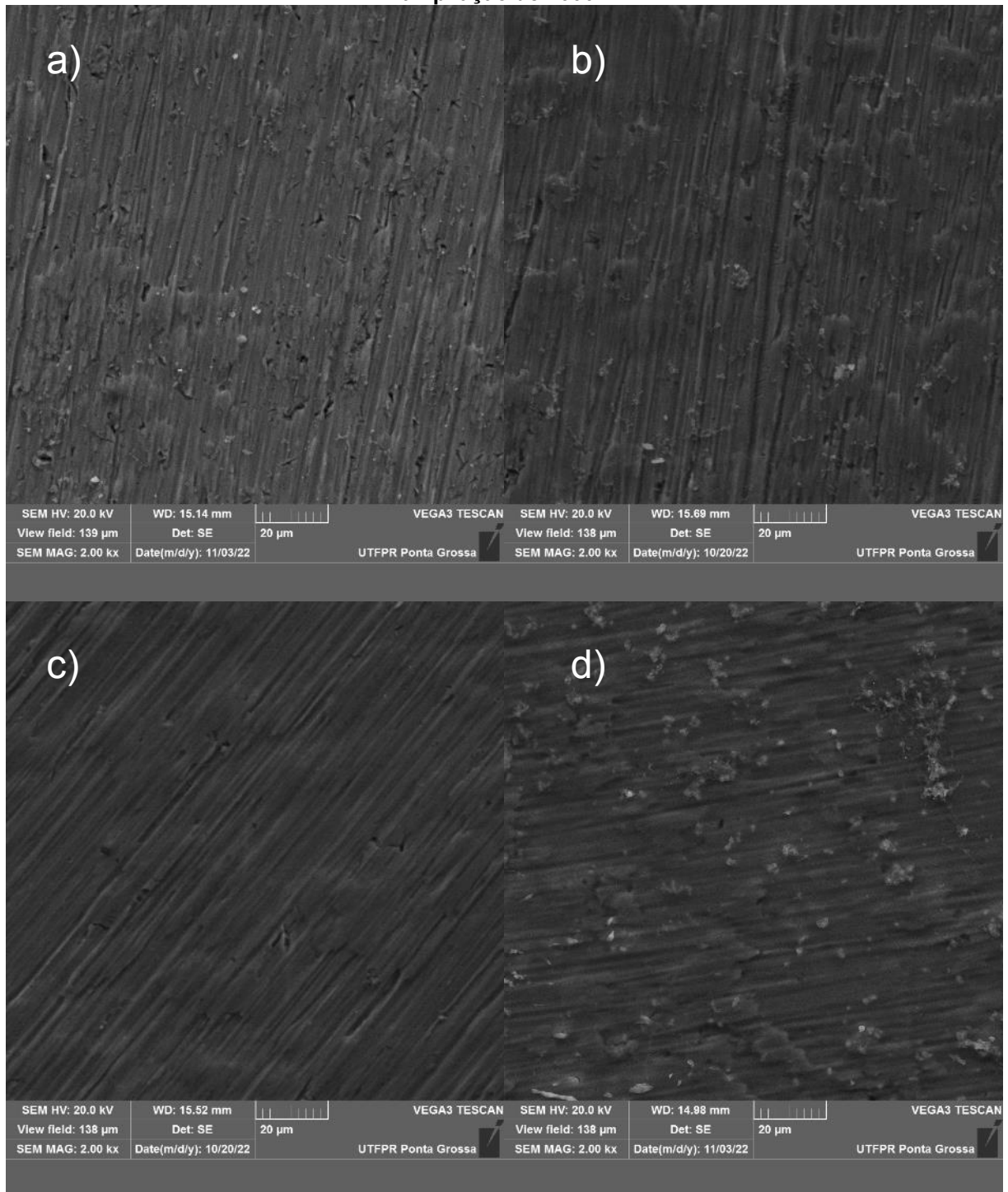
**Figura 29 – MEV das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 1000x**



**Nota: (a) Ti CP com 6 horas de ataque básico (b) Ti CP com 14 horas de ataque básico (c) Ti CP com 24 horas de ataque básico (d) Ti CP com 137 horas de ataque básico**  
**Fonte: Aatoria própria (2022)**

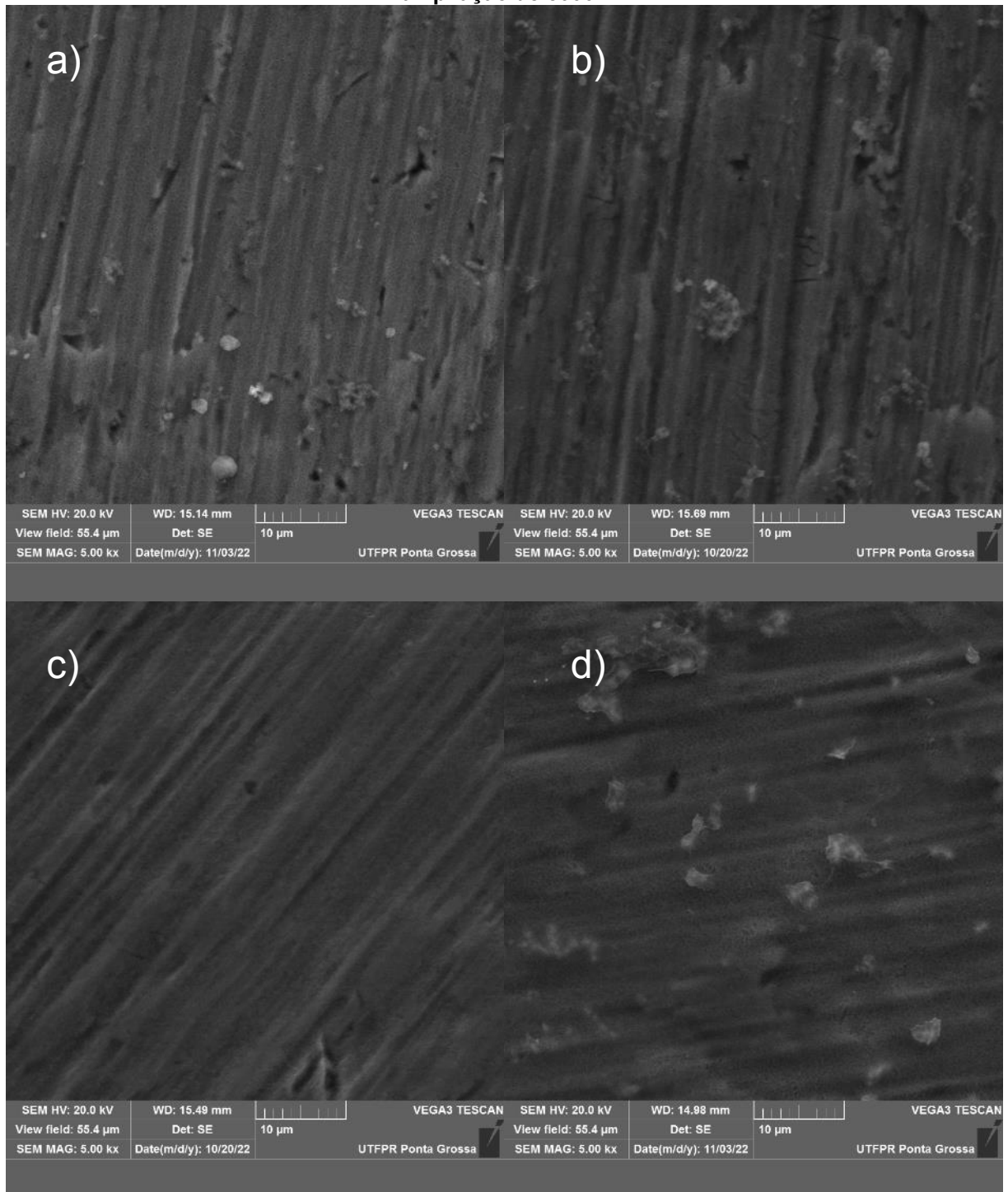


**Figura 30 – MEV das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 2000x**



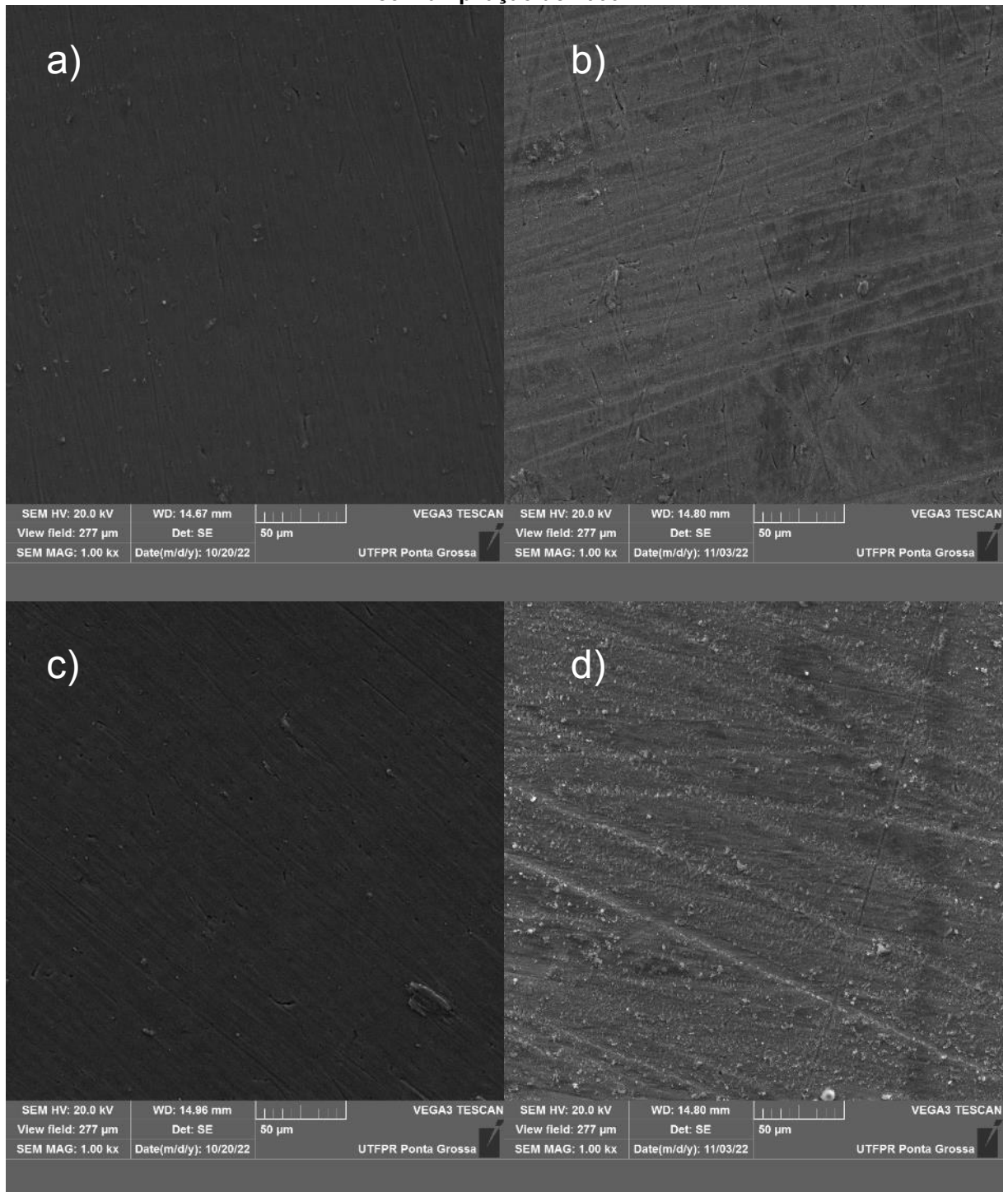
**Nota: (a) Ti CP com 6 horas de ataque básico (b) Ti CP com 14 horas de ataque básico (c) Ti CP com 24 horas de ataque básico (d) Ti CP com 137 horas de ataque básico**  
**Fonte: Autoria própria (2022)**

**Figura 31 – MEV das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 5000x**



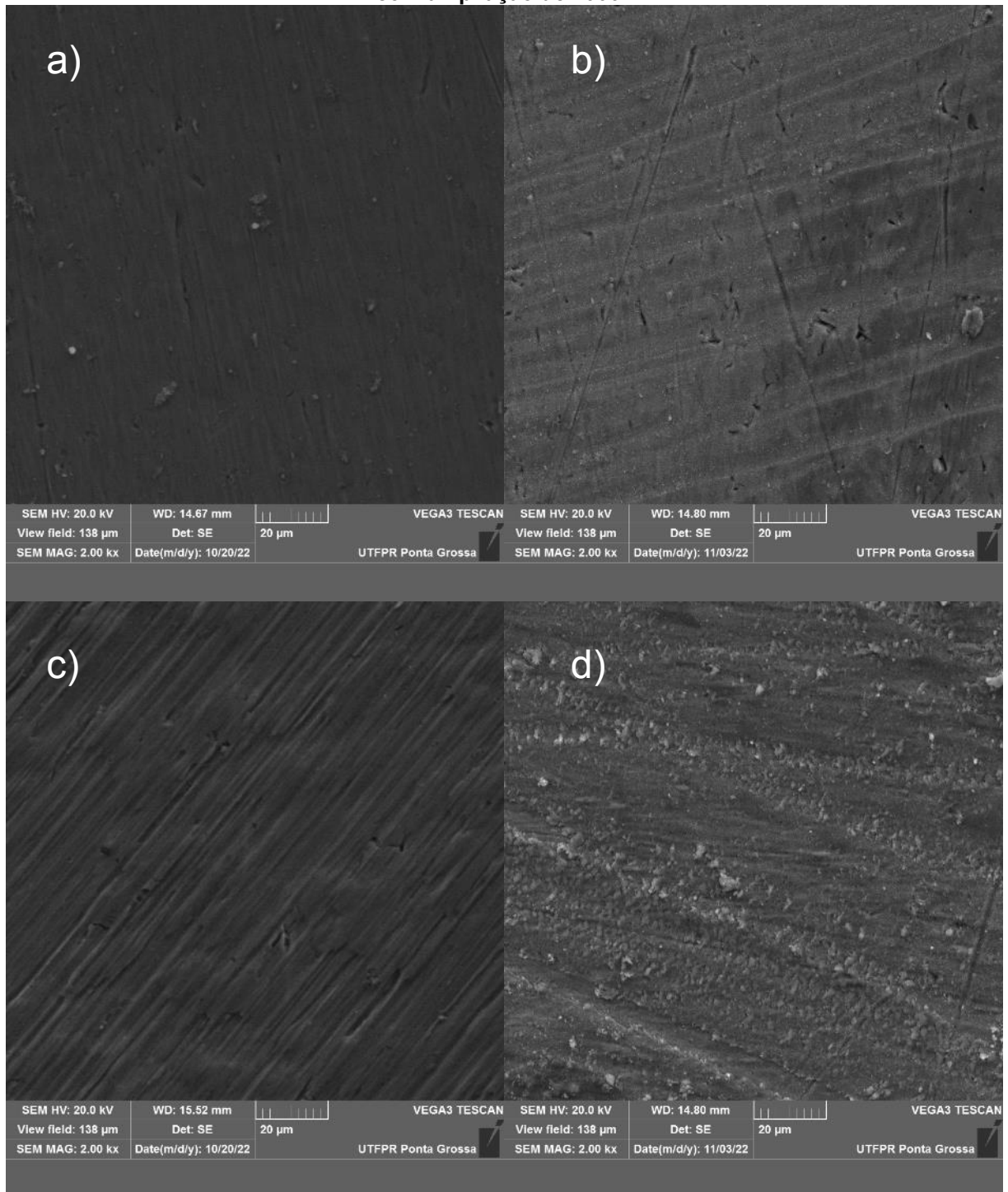
**Nota: (a) Ti CP com 6 horas de ataque básico (b) Ti CP com 14 horas de ataque básico (c) Ti CP com 24 horas de ataque básico (d) Ti CP com 137 horas de ataque básico**  
**Fonte: Aatoria própria (2022)**

**Figura 32 – MEV das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 1000x**



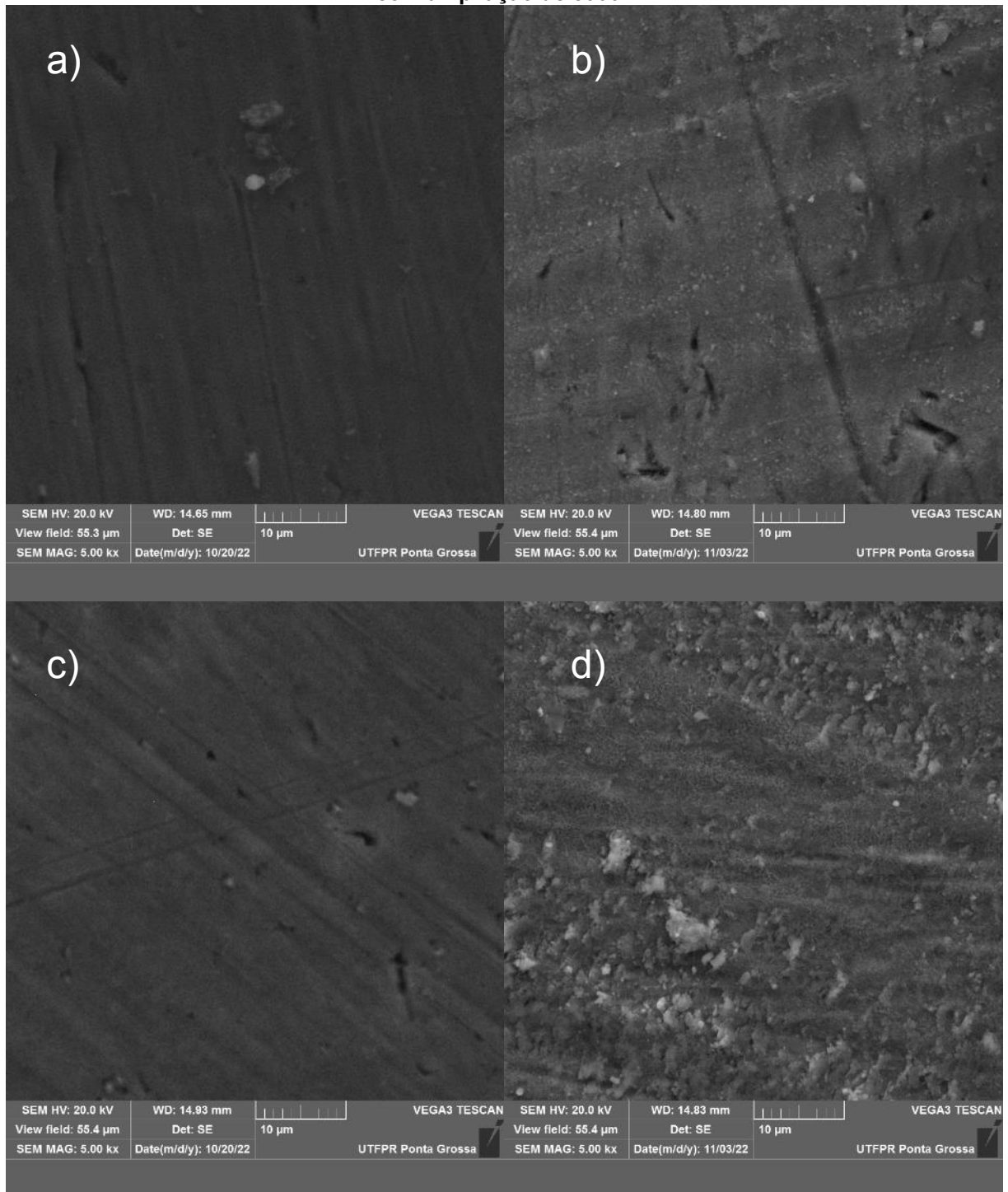
**Nota: (a) Ti-6Al-4V com 6 horas de ataque básico (b) Ti-6Al-4V com 14 horas de ataque básico (c) Ti-6Al-4V com 24 horas de ataque básico (d) Ti-6Al-4V com 137 horas de ataque básico**  
**Fonte: A autoria própria (2022)**

**Figura 33 – MEV das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 2000x**



**Nota: (a) Ti-6Al-4V com 6 horas de ataque básico (b) Ti-6Al-4V com 14 horas de ataque básico (c) Ti-6Al-4V com 24 horas de ataque básico (d) Ti-6Al-4V com 137 horas de ataque básico**  
**Fonte: A autoria própria (2022)**

**Figura 34 – MEV das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C com ampliação de 5000x**



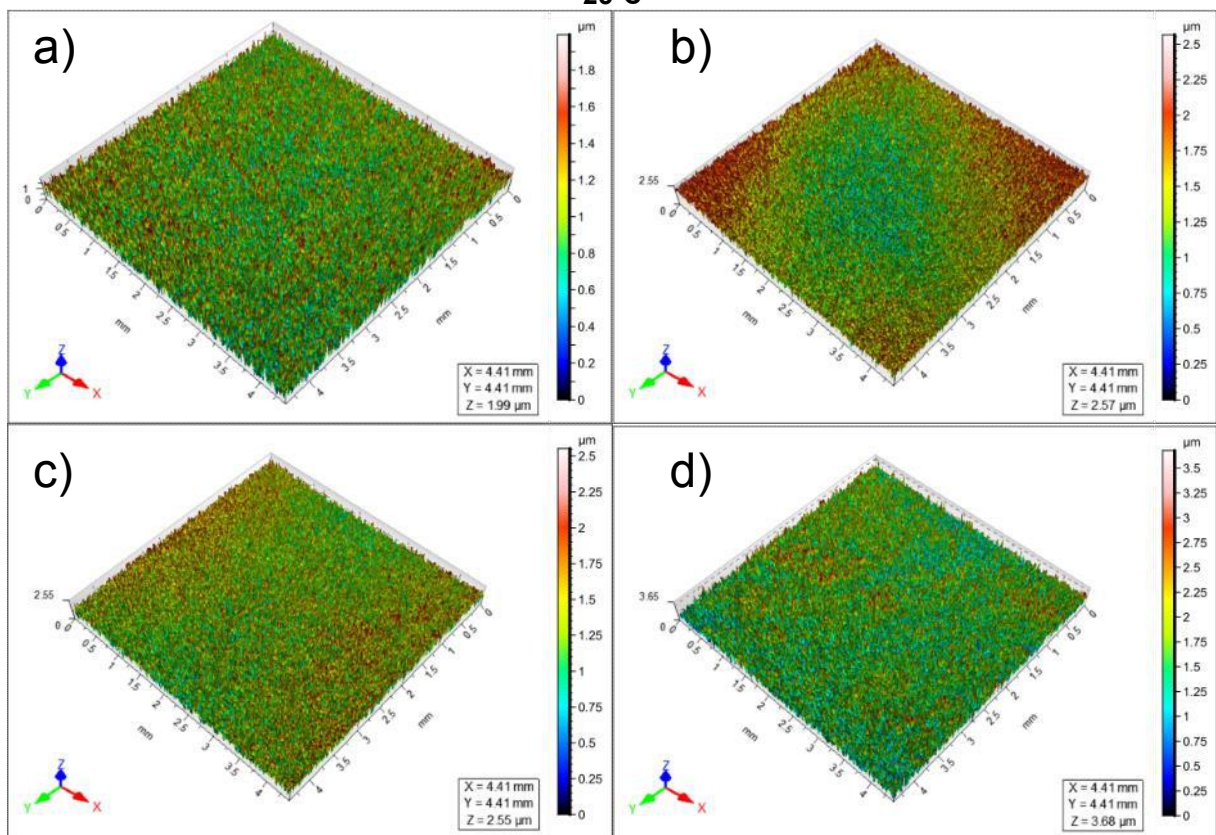
**Nota: (a) Ti-6Al-4V com 6 horas de ataque básico (b) Ti-6Al-4V com 14 horas de ataque básico (c) Ti-6Al-4V com 24 horas de ataque básico (d) Ti-6Al-4V com 137 horas de ataque básico**  
**Fonte: A autoria própria (2022)**

Novamente, é identificável direções preferenciais de lixamento, conforme havia sido visto no microscópio ótico. Indo além, são visíveis áreas com tonalidades diferentes, sendo essas áreas mais comuns nas amostras que sofreram o ataque básico à longa exposição (137 horas). Concluindo a análise do MEV, notamos a

existência de mais pontos de outras tonalidades nas amostras da liga Ti-6Al-4V quando comparadas com as de Ti CP, conforme foi visto no ensaio anterior.

Como ocorreu com as amostras que sofreram o ataque básico à temperatura de 80 °C, foi realizado o ensaio de perfilometria para averiguar a topografia das amostras. As imagens obtidas deste ensaio estão dispostas na figura 35 para o Ti CP, na figura 36 para a liga Ti-6Al-4V, e as rugosidades das amostras submetidas ao ataque básico a 25 °C estão demonstradas na tabela 10.

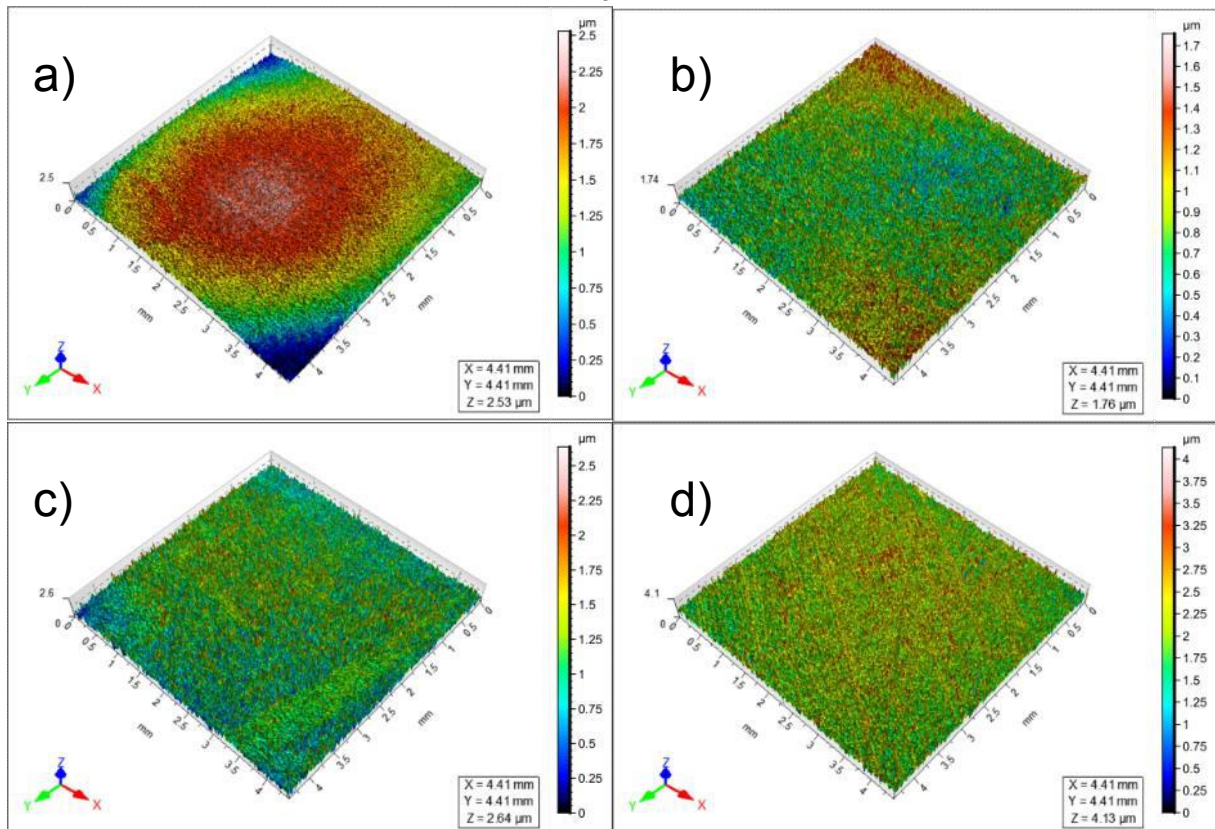
**Figura 35 – Perfilometria das amostras de Ti CP sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C**



Nota: (a) Ti CP com 6 horas de ataque básico (b) Ti CP com 14 horas de ataque básico (c) Ti CP com 24 horas de ataque básico (d) Ti CP com 137 horas de ataque básico

Fonte: Autoria própria (2022)

**Figura 36 – Perfilometria das amostras de Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C**



**Nota: (a) Ti-6Al-4V com 6 horas de ataque básico (b) Ti-6Al-4V com 14 horas de ataque básico (c) Ti-6Al-4V com 24 horas de ataque básico (d) Ti-6Al-4V com 137 horas de ataque básico**  
**Fonte: Autoria própria (2022)**

**Tabela 10 – Rugosidade superficial das amostras Ti CP e Ti-6Al-4V sujeitas ao ataque básico à temperatura de 25°C**

Nome da amostra	Rugosidade superficial – Sa (µm)
Ti CP – base	0,236
Ti CP – 6H-25C	0,246
Ti CP – 14H-25C	0,296
Ti CP – 24H-25C	0,312
Ti CP – 137H-25C	0,424
Ti-6Al-4V - base	0,116
Ti-6Al-4V – 6H-25C	0,132
Ti-6Al-4V – 14H-25C	0,178
Ti-6Al-4V – 24H-25C	0,310
Ti-6Al-4V – 137H-25C	0,347

**Fonte: Autoria própria (2022)**

Neste ensaio, é notável o aumento de rugosidade nas amostras de forma numérica, sendo a amostra Ti CP – 137H-25C a que demonstrou maior aumento, no valor de 0,424 µm. Confirmando os dados gerados nas técnicas de MEV e de microscopia óptica, vemos que o aumento no tempo de exposição gerou um aumento na rugosidade, sendo as amostras com exposição de 137 horas as que demonstraram maiores valores de rugosidade. A última análise é referente à influência da composição química das amostras, ou seja, a comparação entre o Ti CP e a liga, sob

as mesmas condições, sendo que, a perfilometria contraria os ensaios de MEV e MO, onde vemos que o Ti CP teve maior rugosidade, quando comparado com o Ti-6Al-4V.

Em geral, os dados obtidos seguiram o padrão do trabalho publicado por Hung *et al.*, em 2017. Os autores concluíram, após análises de tratamento superficial com variação de temperatura e tempo de reação que, devido ao Ti-6Al-4V ser um material composto por fases alfa e beta à temperatura ambiente, a sua reação aos ataques acontece de maneira diferente em relação ao Ti CP.

Segundo os autores, a energia de ativação necessária para que ocorra reação de modificação superficial no titânio comercialmente puro à temperatura ambiente é cerca de 15% menor (HUNG *et al.*, 2017). Assim, como nesse caso foram utilizadas as mesmas temperaturas e concentrações para ambos os materiais, são entendíveis os resultados que demonstram maiores valores de rugosidade superficial para o titânio comercialmente puro em relação à liga.



## 5 CONCLUSÃO

Analisando os dados obtidos do experimento, podemos ver inicialmente que o material fornecido e utilizado é realmente composto de titânio comercialmente puro e da liga de titânio com alumínio e vanádio nas proporções Ti-6Al-4V. Ao levar em conta os ensaios utilizando as técnicas de MEV, microscopia óptica e perfilometria, é possível concluir que a realização de ataque básico gera um aumento da superfície de contato, sendo esse aumento mais expressivo quando o ataque é realizado à temperaturas superiores à temperatura ambiente. É possível notar, através do ensaio de perfilometria, que algumas amostras tiveram um empenamento nas extremidades, o qual é oriundo da forma de corte com a guilhotina.

As conclusões obtidas de forma subjetiva, ao analisar unicamente as imagens obtidas, puderam ser comprovadas de forma numérica com os resultados obtidos pelo perfilômetro para rugosidade média, onde conseguimos perceber que a rugosidade das amostras que sofreram o ataque básico a 80 °C é superior à rugosidade das amostras que sofreram o ataque à temperatura ambiente, mesmo para a amostra que sofreu o ataque à temperatura ambiente e tempo de exposição de 137 horas, sendo esta amostra a que sofreu ataque básico com maior tempo de exposição. Com relação à composição química, ou seja, a comparação entre o Ti CP e a liga, sob as mesmas condições, podemos ver que a liga Ti-6Al-4V tem sensibilidade maior ao ataque básico a temperatura de 80 °C, pois, esta apresentou a maior rugosidade quando comparada com o Ti CP para esta temperatura. Afirmação esta que se inverte quando analisamos o ataque básico à temperatura ambiente, pois nesta temperatura, podemos ver que o Ti CP demonstrou maior rugosidade, mesmo com a exposição curta de 6 horas, quando comparado com o ataque realizado na liga Ti-6Al-4V, sob as mesmas condições.

Em conclusão final, em relação aos parâmetros de temperatura e tempo que foram analisados, temos que a temperatura tem maior influência durante a realização do ataque, visto que a exposição a tempos curtos de 2 horas a 80°C formou porosidades maiores do que a exposição a tempos longos de 137 horas à temperatura ambiente. Com isso, podemos concluir que o parâmetro temperatura tem influência diretamente maior do que o tempo de imersão das amostras nos experimentos de ataque básico realizados nesse trabalho.

## REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM Standard F67**: Standard Specification for Unalloyed Titanium, for Surgical Implant Applications. West Conshohocken: ASTM International, 2006.

ANDRADE, M. C.; FILGUEIRAS, M. R. T.; BASTOS, I. N.; OGASAWARA, T. Os Efeitos do Alumínio e do Vanádio na adesão osso-implante de Ligas de Titânio: Estudo Teórico. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA MECÂNICA, 15, 1999, Águas de Lindóia. **Anais**. Águas de Lindóia. 1999

ANVISA. **Farmacopeia Brasileira**. 6. ed. Brasília: ANVISA, 2019.

AVÉS, E. P.; GALVÁN, J. C.; LIMA, I. R.; GRANJEIRO, J. M.; BASTOS, I. N.; SOARES, G. D. Recobrimento da liga Ti-6Al-4V com hidroxiapatita pelo método sol-gel e sua aplicação a hastes femorais não-cimentadas. **Cerâmica**, v. 54, p. 476 – 479, 2008.

BAHRAMINASAB, M; HASSAN, M. R.; SAHARI, B. B. Metallic biomaterials of knee and hip – A review. **Trends in biomaterials and artificial organs**, India, v. 24, n. 2, p. 69-82, nov. 2010.

BAUER, J. R. O. **Propriedades mecânicas do titânio comercialmente puro e da liga Ti-6Al-4V fundidos em diferentes ambientes**. 2007. Tese (doutorado) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade de São Paulo, São Paulo. 2007.

Biomaterials Market. Biomaterials Market by Type of Materials (Metallic, Ceramic, Polymers, Natural), Application (Cardiovascular, Orthopedic, Dental, Plastic Surgery, Wound Healing, Neurological disorders, Tissue Engineering, Ophthalmology). **Biomaterials Market**. Jan 2021. Disponível em: <https://www.marketsandmarkets.com/Market-Reports/biomaterials-393.html>. Acesso em: 22 de mar. 2022.

BRIGUENTE, F. P.; BRIGUENTE, L. A. N. S.; REIS, D. A. P. NETO, C. M. Avaliação do comportamento em fluência da liga Ti-6Al-4V com recobrimento metálico a 600°C e 125 MPa. In: Congresso da ABM, 67, 2012, Rio de Janeiro. **Anais**. Rio de Janeiro, 2012.

CALLISTER, W. D; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: Uma introdução**. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016.

CHAUHAN, P.; KOUL, V.; BHATNAGAR, N. Critical Role of Etching Parameters in the Evolution of Nano Micro SLA Surface on the Ti6Al4V Alloy Dental Implants. **Materials**, v. 14, n. 21, out. 2021.

CHU, P. K.; LU, X. P.; **Low Temperature Plasma Technology**: Methods and Applications. 1 ed. Florida: CRC Press, 2013.

COELHO, M. F. C. **Recobrimento biomiméticos em superfícies de titânio e aço inoxidável austenítico**. 2013. Dissertação (mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Alfenas, Poços de Caldas, 2013.

CVRČEK, L. HORÁKOVÁ, M. **Non-Thermal Plasma Technology for Polymeric Materials: Applications in Composites, Nanostructured Materials and Biomedical Fields**. Amsterdã: Elsevier, 2019.

ERIKSSON, C.; NYGREN, H. Polymorphonuclear leukocytes in coagulating whole blood recognize hydrophilic and hydrophobic titanium surfaces by different adhesion receptors and show different patterns of receptor expression. **Journal of Laboratory and Clinical Medicine**, v. 137, n. 4, p. 296–302, jan. 2001.

FIDELIX, C. R.; ARENDARCHUCK, B. E.; LOURENÇATO, L. A.; FALS, H. C.; PUKASIEWICZ, A. G. M.; TURCHIELLO, R. F. Double acid etching treatment as a strategy to improve the surface modification of Cp Ti and Ti6Al4V. In: SOCIEDADE BRASILEIRA DE PESQUISA EM MATERIAIS, 20, 2022, Rio de Janeiro. **Anais**. Rio de Janeiro. 2022.

GEETHA, M.; SINGH, A.K.; ASOKAMANI, R.; GORGIA, A. K. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review. **Progress in Materials Science**, Alemanha, v. 54, n. 3, p. 397-425, mai. 2009.

GOOCH, W. A.; The Design and Application of Titanium Alloys to U.S. Army Platforms. In: INTERNATIONAL TITANIUM ASSOCIATION TITANIUM. 3., 2010, Kissimee. **Congresso**. Kissimee, 2010.

HELSEN, J. A.; BREME, H. J. **Metals as biomaterials**. Nova Jersey: Wiley, 1998.

HIBBELER, R. C. **Resistência dos materiais**. 7. ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2010.

HSU, H.-C.; WU, S.-C.; HSU, S.-K.; LIAO, Y.-H.; HO, W.-F. Effect of different post-treatments on the bioactivity of alkali-treated Ti–5Si alloy. **Bio-Medical Materials and Engineering**, v. 28, n. 5, p. 503-514, jul. 2017.

HUNG, K.-Y.; LIN, Y.-C.; FENG, H.-P. The Effects of Acid Etching on the Nanomorphological Surface Characteristics and Activation Energy of Titanium Medical Materials. **Materials**, v. 10, p. 1164, 2017.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 25178:2012: Geometrical product specifications (GPS) — Surface texture: Areal — Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters**. Switzerland: ISO, 2012.

JESUÍNO, G. A.; RIBEIRO, L. M. F.; NAKAZATO, R. Z.; CODARO, E. N.; HEIN, L. R. O.; Propriedades Mecânicas e Resistência à Corrosão da liga Ti-4Al-4V Obtida da Reciclagem da Liga Ti-6Al-4V. **Materials Research**, v. 4. n. 2 p. 63-69, mai. 2001.

KIM, C.; KENDALL, M. R.; MILLER, M. A.; LONG, C. L.; LARSON, P. R.; HUMPHREY, M. B.; MADDEN, A. S.; TAS, A. C. Comparison of titanium soaked in 5 M NaOH or 5 M KOH solutions. **Materials Science and Engineering: C**, v. 33, n. 1, p. 327-339, jan. 2013.

LANDUCI, M. C. **Caracterização das propriedades mecânicas de biomateriais metálicos**. 2016. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia, Bauru, 2016.

LARIO, J.; AMIGO, A.; SEGOVIA, F.; AMIGO, V. Surface Modification of Ti-35Nb-10Ta-1.5Fe by the Double Acid-Etching Process. **Materials**, v. 11, n. 4, mar. 2018.

LEITE, D. O. **Osteointegração de implantes porosos de titânio submetidos ao tratamento biomimético**. 2011. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia, São José dos Campos, 2011.

LONG, M.; RACK, H. J. Titanium alloys in total joint replacement—a materials science perspective. **Biomaterials**, v. 19, n. 18, p. 1621-639, set.1998.

LÜTJERING, G.; WILLIAMS, J. C. **Titanium**. 2 ed. Springer, 2007

MOREIRA, A. C. **Análise da influência da morfologia porosa de implantes de titânio no processo de crescimento ósseo**. 2013. Tese (Doutorado) – Programa de Pós Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013.

NICOMEDES, D. N. **Deposição e caracterização de revestimentos de hidroxiapatita com incorporação de óxido de grafeno**. 2017. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós Graduação em Ciências – Física de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2017.

NIINOMI, M; NARUSHIMA, T.; NAKAI, M. **Advances in metallic biomaterials: Processing and Applications**. 1. Ed. Heidelberg: Springer, 2015.

OLIVARES-NAVARRETE, R.; RAINES, A. L.; HYZY, S. L.; PARK, J. H.; HUTTON, D. L.; COCHRAN, D. L.; BOYAN, B. D. Osteoblast maturation and new bone formation in response to titanium implant surface features are reduced with age. **Jornal of Bone and Mineral Research**, v. 27, n. 8, p. 1773-1783, abr. 2012.

KARACHALIOS, T. **Bone-Implant Interface in Orthopedic Surgery: Basic Science to Clinical Applications**. 1. ed. London: Springer, 2014.

PAREDES, R. S. C. **Aspersão térmica**. Departamento de Engenharia Mecânica. 2012. Apostila de aspersão térmica. Universidade Federal do Paraná.

PARK, J.; BRONZINO, J. **Biomaterials: Principles and applications**. 2. ed. Florida: CRC Press, 2002.

PARK, J; LAKES, R. S. **Biomaterials: An Introduction**. 3. ed. New York: Springer, 2007.

PARR, G. R.; GARDNER, L. K.; TOTH, R. W. Titanium: the mystery metal of implant dentistry. Dental materials aspects. **J Prosthet Dent**, v. 54, n. 3 p.410-414, set. 1985.

PATTANAYAK, D. K.; YAMAGUCHI, S.; MATSUSHITA, T.; KOKUBO, T. Nanostructured positively charged bioactive TiO<sub>2</sub> layer formed on Ti metal by NaOH,

acid and heat treatments. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, v. 22, n. 8, p. 1803-1812, jun. 2011.

PIRES, A. L. R.; BIERHALZ, A. C. K.; MORAES, A. M. Biomateriais: tipos, aplicações e mercado. **Química Nova**, São Pulo, v. 38, n. 7, p. 957-971, mai. 2015.

RAMIRES, I; GUASTALDI, A. C. Estudo do Biomaterial Ti-6Al-4V empregando-se Técnicas Eletroquímicas e XPS. **Química Nova**. v. 25, n. 1, p. 10-14, 2002.

ROUQUEROL, J.; AVNIR, D.; FAIRBRIDGE, C. W.; EVERETT, D. H; HAYNES, J. H.; PERNICONE, N.; RAMSAY, J. D. F; SING, K. S. W.; UNGER, K. K. Recommendations for the characterization of porous solids. **International union of pure and applied chemistry**, Reino Unido, v. 66, n. 8, p. 1739-1758, 1994.

SEDANS, K. A. A. **Um breve estudo da porosidade em ligas de titânio aplicado como biomaterial**. 2019. Trabalho de conclusão de curso – Departamento de engenharia de materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2019.

SENA, L. A; VIDIGAL JÚNIOR, G. M.; ROSSI, A. M.; SOARES, G. A.; OGASAWARA, T. Recobrimento de implantes Ti-6Al-4V com hidroxiapatita por eletroforese: reação metal-cerâmico. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICAS, 45, 2001, Florianópolis. **Anais**. Florianópolis. 2001.

SIEBERT, A. R. J. **Caracterização Morfológica, Estrutural, Mecânica e Tribológica da Liga Ti-6Al-4V produzida por Lens e Comercial**. 2017. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciências Mecânicas, Universidade Federal de Santa Catarina, Joinville, 2017.

SOARES, G. A.; Biomateriais. In: FÓRUM DE BIOTECNOLOGIA BIOMATERIAIS. 2005, Rio de Janeiro. **Fórum**. Rio de Janeiro: UFRJ, 2005.

SUÁREZ, A.; TOBAR, M. J.; YÁÑEZ, A.; PÉREZ, I.; SAMPEDRO, J.; AMIGÓ, V.; CANDEL, J. J. Modeling of phase transformations of Ti-6Al-4V during laser metal deposition. **Physics Procedia**, v. 12, p. 666–673, 2011.

SWARNAKAR, A. K.; VAN DER BIEST, O.; BAUFELD, B; Thermal expansion and lattice parameters of shaped metal deposited Ti-6Al-4V. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 509 n. 6, p. 2723-2328, fev. 2011.

TAS, A. C.; BHADURI, S. B. Rapid coating of Ti6Al4V at room temperature with a calcium phosphate solution similar to 10× simulated body fluid. **Journal of Materials Research**, v. 19, n. 9, p. 2742-2749, set. 2004.

TONG, Y. X.; GUO, B.; ZHENG, Y. F.; CHUNG, C. Y.; MA, L. W. Effects of Sn and Zr on the Microstructure and Mechanical Properties of Ti-Ta-Based Shape Memory Alloys. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 20, n. 4-5, p. 762–766, jul. 2011.

VEIGA, C.; DAVIM, J.; LOUREIRO, A. Properties and applications of titanium alloys: a brief review. **Reviews on Advanced Materials Science**, v. 32, n. 2, p. 133–148, dez. 2012.

WILLIAMS, D. F. **Biocompatibility Principles**. 2 ed. Encyclopedia of Materials: Science and Technology. 2001.

ZHANG, Y.; ANDRUKHOV, O.; BERNER, S.; MATEJKA, M.; WIELAND, M.; RAUSCH-FAN, X.; SCHEDLE, A. Osteogenic properties of hydrophilic and hydrophobic titanium surfaces evaluated with osteoblast-like cells (MG63) in coculture with human umbilical vein endothelial cells (HUVEC). **Dental Materials**, v. 26, n. 11, p. 1043-1051, jul. 2010.

ZHAO, X.; REN, X.; WANG, C.; HUANG, B.; MA, J. ; GE, B. JIA, Z.; LI, Y. Enhancement of hydroxyapatite formation on titanium surface by alkali heat treatment combined with induction heating and acid etching. **Surface and Coatings Technology**, v. 399, out. 2020.