



MARCELO BRENO MENESES MENDES

**METALOGRAFIA, ANÁLISE DE OXIGÊNIO E
NITROGÊNIO E TESTE DE DUREZA VICKERS DOS
MATERIAIS DE FIXAÇÃO INTERNA USADOS NO
ESQUELETO CRANIOFACIAL**

PIRACICABA

2012



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

MARCELO BRENO MENESES MENDES

**METALOGRAFIA, ANÁLISE DE OXIGÊNIO E NITROGÊNIO E TESTE DE
DUREZA VICKERS DOS MATERIAIS DE FIXAÇÃO INTERNA USADOS NO
ESQUELETO CRANIOFACIAL**

Orientador: Prof^o. Dr^o. Roger William Fernandes Moreira

DISSERTAÇÃO DE Mestrado APRESENTADA À FACULDADE
DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP PARA
OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM CLÍNICA
ODONTOLÓGICA – ÁREA DE CONCENTRAÇÃO EM CIRURGIA E
TRAUMATOLOGIA BUCO-MAXILO-FACIAIS

**Este exemplar corresponde à versão final
da Dissertação defendida pelo aluno, e orientada
pelo Prof. Dr. Roger William Fernandes Moreira**

Assinatura do orientador

PIRACICABA, 2012

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
JOSIDELMA F COSTA DE SOUZA – CRB8/5894 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

M522m Mendes, Marcelo Breno Meneses, 1984-
Metalografia, análise de oxigênio e nitrogênio e teste de
dureza vickers dos materiais de fixação interna e usados no
esqueleto craniofacial / Marcelo Breno Meneses Mendes. --
Piracicaba, SP : [s.n.], 2012.

Orientador: Roger William Fernandes Moreira.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Controle de qualidade. 2. Análise. 3. Análise de Falha de
Equipamento. 4. Metais. 5. Gases. I. Moreira, Roger William
Fernandes, 1971- II. Sawazaki, Renato. III. Universidade
Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba.
IV. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês: Metallography, oxygen and nitrogen composition and vickers hardness test of internal fixation materials used in the craniofacial skeleton

Palavras-chave em Inglês:

Quality Control

Analysis

Equipment Failure Analysis

Metals

Gases

Área de concentração: Cirurgia e Traumatologia Buco-Maxilo-Faciais

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca examinadora:

Roger William Fernandes Moreira [Orientador]

Marcelo Marota Araújo

Francisco Wagner Vasconcelos Freire Filho

Data da defesa: 26-10-2012

Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica

Folha de Aprovação



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 26 de Outubro de 2012, considerou o candidato MARCELO BRENO MENESES MENDES aprovado.

Handwritten signature of Prof. Dr. Roger William Fernandes Moreira.

Prof. Dr. ROGER WILLIAM FERNANDES MOREIRA

Handwritten signature of Prof. Dr. Francisco Wagner Vasconcelos Freire Filho.

Prof. Dr. FRANCISCO WAGNER VASCONCELOS FREIRE FILHO

Handwritten signature of Prof. Dr. Marcelo Marotta Araújo.

Prof. Dr. MARCELO MAROTTA ARAÚJO

Dedicatória

Dedico este trabalho à minha família: aos meus pais João Bosco e Elismária, e aos meus irmãos Luana e Mauro por ajudarem a formar o homem de bem que sou. Vocês são parte de mim e da minha vida. Com vocês, as dificuldades são passageiras e as alegrias mais duradouras. Aos meus pais, muito obrigado pelo exemplo de vida e união, pela forma simples, humilde, sensata e verdadeira que vocês nos educaram.

Aos meus tios, primos e amigos que sempre torceram pelo meu sucesso. Muito obrigado galera!

Agradecimentos

À **Universidade Federal do Piauí (UFPI)**, onde pude dar o passo inicial na minha profissão. Representa um ambiente muito saudoso pra mim. Minha formação básica, boa parte dos meus amigos de hoje, minhas oportunidades profissionais: são vários os motivos que me levam a ter essa IES como uma das várias “casas” que ganhei na vida.

À **Profa. Marília Sousa Costa**, pelos ensinamentos na graduação, pela sua forma alegre e espontânea de ser e de trabalhar. Obrigado por me colocar no caminho da Cirurgia Bucomaxilo.

Aos queridos Professores de graduação da Universidade Federal do Piauí: Marcoeli Moura, Alexandre Simplício, Alessandro Gonçalves, Carmem Dolores, Rosendo, Jesus Lau, Terezinha, Teresa Sampaio, Otacílio Batista, Wagner Serra e Silva, Fabrício Serra e Silva, Wagner Moura, Walter de Moura, Rodolpho Valentini Neto, Lúcia de Deus, Josilda Floriano, Carmem Milena, Divana, Carla Nunes, Lúcia Reis: meus sinceros agradecimentos a todos vocês que fizeram parte dessa fase da minha vida.

À **Profa. Dra. Márcia Borba e Amparo Melo** pelas companhias e ensinamentos na minha época de estagiário da FOP e no Hospital Getúlio Vargas (HVG).

À **Profa. Dra. Maria Cândida de Almeida Lopes**, meus sinceros agradecimentos, minha amiga. Você é responsável pelo início da minha profissão, me mostrou o caminho por onde eu deveria seguir, sempre de forma simples, humilde e sem imposição. Sempre respeitou minhas decisões e nunca cansava das minhas dúvidas e anseios, sempre falando a verdade. Obrigado pela oportunidade de lhe conhecer e de acompanhar em cirurgias, pelas conversas amigas e pela confiança em mim.

Ao Giovane Telmo, Sônia e Aninha e ao Samuel pelas tardes no ambulatório do HGV. Obrigado pelos ensinamentos de vocês e amizade duradoura.

Ao Prof. Dr. Wagner Serra e Silva, à Máira e toda a família, pela acolhida aqui em Piracicaba logo no início da minha vinda. Agradeço pelas suas companhias, conselhos e a amizade. Muito obrigado mesmo!

Ao **Prof. Dr. Roger William Fernandes Moreira** pela sua orientação e ensinamentos. É muito bom vê-lo ensinar e/a operar. Situações complexas parecem muito simples e rápidas nas suas mãos. Vou levar isso sempre comigo. Muito obrigado por ter me aceitado como seu aluno no Mestrado. Muito obrigado por ter me aceitado no Doutorado. Obrigado por permitir a realização desse projeto em minha vida. Muito obrigado mesmo.

Ao **Prof. Dr. José Ricardo de Albergaria-Barbosa** pela sua presença e companhia aqui na FOP. Obrigado pelo humor sempre em alta e pela alegria que o senhor nos trás, sempre quando parecemos tristes e desestimulados.

Ao **Prof. Dr. Márcio de Moraes** pelo convívio e por seus ensinamentos aqui na FOP, pela vontade em ensinar cirurgia, e por esforçar-se em manter este curso no mesmo nível de excelência que há muito tempo vem sendo. Muito obrigado pela sua amizade.

À **Profa. Dra. Luciana Asprino** pelo seu crescimento como professora, pela sua presença diária nas clínicas de graduação e de pós-graduação na FOP. Obrigado pela sua busca em sempre tentar melhorar nossas atividades, em trazer o melhor aos nossos pacientes.

Ao **Prof. Dr. Renato Sawazaki** pelo tempo de docência aqui na FOP em que nos orientou e ajudou muito nas nossas dificuldades. Muito obrigado pelos seus ensinamentos e pelas conversas descontraídas. Meus sinceros agradecimentos pela co-orientação nesse trabalho. Sua ajuda foi determinante para a realização e conclusão da minha dissertação.

Ao **Prof. Dr. Rubens Caram Júnior** e ao **Eder Lopes** pela aceitação em participar desse projeto. Muito obrigado por nos ter auxiliado nesse novo campo de pesquisa, pelos ensinamentos nos dias inteiros em que passei no laboratório da Faculdade de Engenharia Mecânica (FEM). Muito obrigado de verdade. A participação de vocês nesse trabalho foi essencial.

À banca de qualificação com o Prof. Dr. Haiter Neto, Prof. Dr. Américo Correr e Prof. Dr. Fábio Sato. Obrigado pelas críticas construtivas e sugestões que deixaram o trabalho mais objetivo e rico. Em especial, agradeço ao Prof. Dr. Américo Correr e ao Prof. Dr. Lourenço Sobrinho pela realização da análise estatística do trabalho.

Ao Prof. Dr. Paulo Henrique Cária e ao Prof. Dr. Rafael Ortega pela suplência na minha banca e pelos conselhos e amizade.

Aos amigos da época de estágio Adriano Assis, Simeí Freire e Paulo Rabelo. Muito obrigado pela convivência na Toca.

Às funcionárias da FOP por dividirem seus dias conosco e compartilharem nossas dificuldades diárias: Angélica, Edilaine Felipe (Didi), Daiana, Débora, Letícia, Keyla, Fabiana, Beatriz e Laís. Muito obrigado meninas.

À Isabella, minha amiga e namorada, por ter participado dessa importante fase da minha vida. Muito obrigado por dividir comigo minhas dificuldades, angústias, meus estresses e cansaço das cirurgias e viagens. Obrigado pela sua companhia e por me trazer alegria todos os dias. Essa conquista também é sua.

Aos meus colegas de pós-graduação Frederico Felipe, Leandro Klupel, Fábio Sato, Adriano Assis, Sérgio Olate, Sérgio Monteiro, Saulo Ellery, Patrício, Érica, José, Rafael Ortega, Cláudio Nóia, Lucas Martins, Simeí, Paulo Hemerson, Tina, Renato Marano, Evandro, Castelo, Leandro Pozzer, Andrezza, Raquel, Douglas, Milton, Clarice e Danilo: muito obrigado a todos vocês pela vivência diária, por compartilharem as mesmas dificuldades, pelos ensinamentos e pela força que vocês transmitem.

Ao Lucas Cavaliéri e à Gabriela Mayrink, pela boa vontade em nos ajudar todos os dias, e nos transmitir força nas semanas de plantão hospitalar.

À Andrezza, Raquel e ao Danillo. Muito obrigado pela força, amizade, companheirismo e cumplicidade de vocês. Nesse momento difícil pelo qual passamos atualmente, o apoio de vocês é muito especial.

Aos estagiários Eder Sigua, Sílvia, Zarina, Tales e Antônio Lanata pela vontade em ajudar, pelo entusiasmo que nos transmitem e por serem pessoas de bem que somam ao nosso grupo.

Aos alunos das clínicas de atualização e especialização por confiarem em nosso curso e em nossa formação. Obrigado pelo convívio, embora breve, e pelo ambiente descontraído que vocês ajudam a criar aqui na Fop.

Às “meninas da limpeza”, que sempre organizam toda a nossa bagunça com muita boa vontade e alegria.

Ao amigo Jairo Ferreira, pelo convívio, pelas conversas descontraídas, pelo seu sucesso e pelos conselhos.

A todos os meus colegas de graduação na UFPI, de modo especial ao Bruno Leonardo, Bruno Cesar, Ana Débora Darlanny e Joyce: obrigado pela amizade de vocês.

Aos pacientes, que confiam em nosso trabalho e em nossa intenção de ajudar e querer fazer o bem. Vocês ajudam a manter o nosso curso em andamento e nos proporcionam muita alegria a realização.

A todos os meus amigos de colégio Diocesano, aos meus primos e tios, que mesmo distantes transmitiam força para me manter no caminho certo.

Agradeço à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pelo aceite desse trabalho como projeto de pesquisa e pelo apoio ao desenvolvimento das etapas realizadas.

À empresa Tóride, pelo apoio a essa pesquisa.

Resumo

Este trabalho tem o objetivo de analisar, através de metalografia, análise da composição de gases oxigênio e nitrogênio e por meio de teste de dureza Vickers, 4 marcas de material de fixação interna utilizadas na cirurgia buco-maxilo-facial (grupo I = Leibinger; grupo II = Tóride; grupo III = Engimplan; grupo IV = Medartis). Inicialmente, foram confeccionados três corpos de prova com segmento de placa de três elos e três corpos de prova com parafusos, para cada grupo. Realizou-se preparação e análise metalográfica, de acordo com as normas da ASTM E3-95. Em seguida, as amostras foram submetidas ao teste de dureza Vickers, obedecendo às normas da ASTM E92. Após, foi realizado análise da composição de gases oxigênio e nitrogênio, com um segmento de elo de placa e um parafuso, para cada grupo. Os dados foram submetidos à análise de variância e teste de Tukey para comparação dos resultados. Todas as etapas dos processos foram registradas e fotografadas. De acordo com os resultados encontrados, os parafusos apresentaram maior dureza, em comparação com as placas. Entre estas, as placas do grupo IV apresentaram os grãos de maiores dimensão. A análise da composição dos gases revelou que todos os grupos atendem às normas ASTM.

Palavras-chave: metalografia, dureza Vickers, composição de gases, fixação interna estável.

Abstract

This study aims to analyze 04 brands of internal fixation material, used in oral and maxillofacial surgery (Leibinger = group I; Tóride = group II; Engimplan = group III; Medartis = group IV) by metallography, analyzing the composition of gaseous oxygen (O) and nitrogen (N), and Vickers hardness testing. Initially, three specimens with three rings of the plate and three specimens with screws were made for each group. The preparation of the specimens was performed to metallographic analysis, attending the ASTM E3-95 standards. And then the samples were submitted to Vickers hardness test, according to the ASTM E92 standards. Thereafter, the composition analysis of the contents of O and N in all groups was performed with a ring of the plate and a screw for each group. Data were submitted to ANOVA and Tukey's test for result comparison. All steps of the process were recorded and photographed. According to the results, the screws had higher hardness, compared to the plates. Including, the plates of group IV showed the largest grain size. The analysis of the gas composition showed that all groups followed ASTM standards.

Keywords: metallography, hardness Vickers, gas composition, stable internal fixation.

Sumário

1. INTRODUÇÃO -----	01
2. REVISÃO DA LITERATURA -----	05
a. Metalografia -----	07
b. Teste de Dureza Vickers -----	09
c. Análise de Oxigênio e Nitrogênio -----	11
3. PROPOSIÇÃO -----	14
4. MATERIAIS E MÉTODOS -----	15
a. Seleção dos materiais: placas e parafusos -----	15
b. Preparação dos corpos de prova -----	17
c. Polimento dos corpos de prova -----	21
d. Realização de ataque ácido -----	24
e. Análise metalográfica -----	25
f. Teste de dureza Vickers -----	28
g. Análise da composição de oxigênio e nitrogênio -----	29
5. RESULTADOS -----	33
a. Metalografia -----	33
b. Dureza Vickers -----	50
c. Composição de oxigênio e nitrogênio -----	53
6. DISCUSSÃO -----	54
7. CONCLUSÕES -----	65
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS -----	66

1. INTRODUÇÃO

O tratamento de fraturas faciais e a fixação de osteotomias programadas na região do complexo crânio-maxilo-facial é uma prática muito comum e realizada em diversos centros por todo o mundo. No entanto, essa prática é bastante antiga. Os papiros cirúrgicos egípcios de Edwin Smith, com relatos de 1650 AC, já descrevem formas de exames, diagnóstico e opções de tratamento das fraturas de mandíbula e outros procedimentos cirúrgicos. Posteriormente, Hipócrates descreveu que a reaproximação e imobilização dos segmentos eram de fundamental importância para o tratamento das fraturas mandibulares. Segundo Fonseca (2000), a evolução do tratamento das fraturas do esqueleto craniofacial manteve um lento curso e por volta do século XIX, bandagem da região fraturada e envolvimento com fios de aço dos dentes adjacentes aos segmentos eram as principais medidas para tratamento. A partir daí, iniciou-se o desenvolvimento de dispositivos intra e extraorais.

Uma das primeiras referências à utilização de meios de fixação interna é creditada a Schede, que por volta de 1888, usou uma placa de aço presa por quatro parafusos para tratamento de fratura mandibular (Fonseca, 2000). Posteriormente, em 1973, Michelet *et al.* desenvolveram um sistema de placas e parafusos destinados à fixação interna. Como vantagens, Michelet proporcionou a miniaturização de dispositivos de fixação até então utilizados extraoralmente, possibilitando seu uso de forma intraoral, necessitando de menor acesso cirúrgico, menos tempo hospitalar e um trauma menor ao paciente, sem prejuízo à imobilização dos segmentos. Em 1978, Champy *et al.* descreveram uma modificação da técnica de Michelet, que preconizava a aplicação de parafusos monocorticais com placas sem compressão e instaladas em zonas específicas – zonas de tensão – de forma a suportarem as forças de tensão, que tendem a causar a abertura da fratura estabilizada.

Com o passar do tempo, a evolução dos meios de fixação continuou, acompanhada pelo desenvolvimento de novas técnicas de fixação e alteração no design das placas. Ao mesmo tempo, essas mudanças foram seguidas pela descoberta de novas medidas para conter e evitar infecção do sítio cirúrgico, com aplicação de antibiótico e adoção de técnicas de assepsia, melhorando a sobrevida dos pacientes. A compreensão dos fatores que envolviam o paciente e ao mesmo tempo o expunha a risco de piora no seu quadro clínico trouxe

aumento na taxa de sobrevida desses envolvidos. No entanto, ainda não é raro encontrar casos de infecção da fratura já estabilizada com meios de fixação interna e até mesmo casos de fratura desses materiais. Segundo Yamamoto (2012), há uma infinidade de casos em que os meios de fixação interna, sejam eles placas e/ou parafusos, monocorticais ou bicorticais falham em sua função de estabilizar os segmentos e consolidar a fratura.

Algumas vezes, esses materiais falham em suportar as cargas neles exercidas e culminam em fratura ou perda do estado de rigidez, o que desencadeia uma reação de infecção local, necessitando de sua remoção e substituição imediatas. Greenberg *et al.* (2002) afirmaram que as causas para essas falhas muitas vezes ainda são incertas, e alguns fatores podem ser levantados como justificativa: tensão excessiva sofrida pela placa, contaminação, falha no processo de adaptação e fixação da placa ao osso e grau de pureza do material da placa ou parafuso.

Assim como a face apresenta uma diversidade de estruturas ósseas e pilares de força, que fornecem origem e inserção para diversos tecidos moles, também há sistemas de fixação projetados especificamente para essas regiões. Portanto, em região de crânio e terço médio de face, nas quais não atuam grandes forças de ação muscular, podem ser utilizados sistemas de fixação menos resistentes, ou seja, com menor rigidez, com placas de perfis baixos e parafusos dos sistemas 1.5 até mesmo 1.0. No entanto, em outras regiões da face, como na mandíbula, onde atuam forças de tensão, compressão e torção musculares, a propriedade da dureza é mais importante, sendo indicada a instalação de dispositivos de sistemas mais resistentes, como 2.0 e 2.4, os quais apresentam placas com perfil mais alto e parafusos mais resistentes. (AO/ASIF, 1998)

A natureza duvidosa de alguns sistemas de fixação pode ser agravada por fatores individuais do próprio paciente, aumentando o índice de insucesso. Muitas vezes encontramos falha de sistemas de fixação representada pela perda de estabilidade de parafusos, causando osteólise local, sem encontrarmos fratura do sistema. Ao mesmo tempo, podemos encontrar casos de infecção com ambas as situações: fratura do material e/ou perda de estabilidade, que podem desencadear reações mais intensas dependendo da condição oclusal do paciente. Em 2004, Katakura *et al.* afirmaram, após uma

investigação clínica, radiográfica e microscópica, que a condição dental dos pacientes, ou seja, a quantidade e a disposição dos remanescentes dentários dos pacientes envolvidos em casos de reconstrução de mandíbula, era o fator que mais contribuía com a fratura desses implantes, além da influencia de contaminantes internos ou de superfície dos materiais e das tensões às quais eram submetidos.

O titânio e suas ligas representam o material para implante metálico mais importante, devido a sua propriedade de biocompatibilidade bem como sua alta estabilidade química e elétrica e resistência mecânica, frente a outros compostos à base de cobre, alumínio e aço. A excelente resistência à corrosão apresentada pelas ligas à base de titânio deve-se à formação espontânea de uma camada estável de óxido de titânio (TiO_2) sobre a superfície do material, funcionando como uma barreira contra dissolução progressiva (Eliaz, 2012).

O comportamento do próprio material é outro fator de alta relevância para o sucesso do tratamento das fraturas faciais. Assim, o desenho e a composição química desses materiais influenciam diretamente nos valores obtidos em situações de flexão, tanto para as placas como para os parafusos de vários sistemas de fixação. Segundo as normas da ASTM F 67-95, que descrevem os valores dos testes mecânicos para o titânio comercialmente puro, demonstra-se um aumento de 30%, no caso da resistência à flexão, quando o titânio grau 2 é comparado com o grau 1 (Trivellatto, 2000).

Martola *et al.* (2006) afirmaram, após estudos com ovelhas, que a presença de partículas de impurezas, como oxigênio, hidrogênio, ferro, cromo, cálcio e outros, na microestrutura dos implantes pode influenciar no desenvolvimento e propagação de zonas de traços de fratura, sendo agravado ainda mais quando essas regiões fragilizadas recebem forças de tensão e fadiga por cargas cíclicas.

Apesar de os materiais à base de titânio e suas ligas apresentarem hoje excelente comportamento biológico, novas ligas vem sendo projetadas e com microestrutura inovadora. Um exemplo de desenvolvimento de mudanças nas propriedades mecânicas dos materiais sem alteração na sua composição química é a obtenção de grãos ultra finos ou ligas de nanocristais, produzidos com engenharia avançada com severa deformação plástica. No entanto, esse aumento da resistência com a redução do tamanho dos grãos pode trazer

riscos ao paciente que necessitam ser melhor analisados, uma vez que o tamanho do grão está relacionado com a degradação do material (Eliaz, 2012)

Atualmente, existem no mercado várias marcas comerciais de placas e parafusos, algumas de alta qualidade e outras manufaturadas quase que artesanalmente. Por essa razão, estudos a respeito da qualidade desses dispositivos são necessários, com o objetivo de avaliar o seu comportamento. Pode-se dizer que cada marca comercial apresenta características próprias devido ao processo de fabricação, contemplando as placas e parafusos com padrão de qualidade variado. (Trivellatto, 2000)

Dessa forma, uma caracterização microestrutural dos materiais de fixação utilizados em casos de reconstrução de mandíbula e em fixação de fraturas faciais ou em osteotomias programadas mostra-se de importância vital para uma melhor compreensão do funcionamento desses implantes e para o entendimento de suas falhas.

2. REVISÃO DA LITERATURA

Depois da Segunda Guerra Mundial, ligas de titânio foram rapidamente consideradas matérias chave para fabricação de motores de aviação. Em 1948 a Companhia DuPont® foi a primeira a produzir titânio comercialmente. Atualmente, as aeronaves são os principais consumidores de titânio e suas ligas, mas outros mercados tais como arquitetura, processamento químico, medicina, geração de energia, indústria naval, esporte e lazer e indústria de transportes estão firmando-se como grandes consumidores dessa matéria (Leyens *et al*, 2003).

Na área da Odontologia, procedimentos como reabilitação de regiões edêntulas com próteses sobre implantes e tratamento de deformidades dentofaciais e de traumatismos são realizados amplamente com dispositivos à base de titânio. Porém, muitas vezes seu grau de pureza não é o ideal, formando vários tipos de liga com outros metais. Estudo de Simpson *et al*. buscou avaliar falhas dos componentes usados na fixação de fraturas à base de titânio, aço inoxidável e liga metálica à base de cobalto. Constataram que sintomas clínicos de dor, edema e inflamação são observados com aço inoxidável e liga de cobalto, mas não com titânio. Achados locais mostram sequestro ósseo para implantes de aço inoxidável e ligas de cobalto, mas ausência de infecção e folga do material, presença de tecido vascularizado em contato com implantes de titânio. Ainda assim, com todas essas qualidades, os materiais à base de titânio falham na fixação de fraturas ou osteotomias programadas e na osseointegração de implantes endósseos.

Segundo Martola *et al* (2006), os problemas envolvidos com fraturas das placas de reconstrução usadas para defeitos mandibulares incluem as cargas repetitivas da mastigação, a forma complexa da mandíbula humana, o ambiente incomum dentro dos tecidos humanos causando alteração no comportamento do material, uso de material de fixação em excesso ou menos que o necessário e rejeição desse material pelo corpo humano por meio de uma reação de corpo estranho. Essa rejeição ou reação tecidual contra o material dos implantes se inicia e propaga-se através de interações químicas.

Numa análise química, a corrosão representa a destruição visível do metal. Metais nobres como ouro e prata resistem mais à corrosão, levando vantagem nesse aspecto. Esses metais resistem à oxidação ao ar livre, mas

são muito menos resistentes à corrosão na água salgada e aos fluidos biológicos. Por outro lado, metais que têm baixa resistência à corrosão, como alumínio e ferro, mostram sinais de deterioração visíveis ou oxidação em tecidos vivos, o que gera reação tecidual através da formação de uma pseudomembrana ao redor dos implantes. Na verdade, os metais ferro, alumínio, ouro e prata sofrem corrosão de forma tão rápida que o suprimento e a migração de oxigênio não conseguem acompanhar o consumo da oxidação, ocorrendo hipóxia nos tecidos, o que causa mais necrose tecidual e mais trauma ao paciente. Assim, metais são liberados aos tecidos com o processo de corrosão, e alguns deles são tóxicos às células (Greenberg, 2002). Gerber *et al.* (1980) e Rae (1981) mediram essa toxicidade adicionando sais de metais a osso embrionário e culturas de fibroblastos e observaram reações de inibição da neoformação óssea, sendo o vanádio (V) o mais tóxico e o cobre (Cu) o de menos expressão. Comparativamente, a resistência à corrosão entre titânio, aço inoxidável e ligas de cobalto é basicamente a mesma para os três metais. Porém, as reações dos tecidos são diferentes, pois apenas com o titânio o tecido ao redor torna-se vascularizado, viabilizando a osseointegração. Segundo eles, a alta resistência à corrosão, aparentemente, não é suficiente para suprimir uma reação de rejeição menor observada para o aço inoxidável e ligas de cobalto e níquel, o que inclui toxicidade celular causada pelos elementos níquel e cobalto como componentes essenciais.

A utilização do titânio como material para confecção de implantes segue as normas da American Society of Testing and Materials (ASTM), adotadas internacionalmente, que o classifica em quatro diferentes graus (I a IV), segundo a incorporação de pequenas quantidades de alguns elementos (Tabela 1). A ASTM-F67 e ASTM F136, caracterizam os tipos de titânio comercialmente puro (cp), usado nas placas de fixação, e da liga Ti6Al4V, usada nos parafusos de fixação, respectivamente. O Ti cp grau IV, por exemplo, contém, em percentagem/peso, o máximo de impurezas: N (0,05); C (0,10); O (0,40); Fe (0,50) e H (0,015).

Tabela 1: Composição das ligas de Ti cp (ASTM F67, 2006)

Elemento	Composição (% peso)			
	Grau 1	Grau 2	Grau 3	Grau 4
	UNS R50250	UNS R50400	UNS R50550	UNS 50700
Nitrogênio, max	0,03	0,03	0,05	0,05
Carbono, max	0,08	0,08	0,08	0,08
Hidrogênio, max	0,015	0,015	0,015	0,015
Ferro, max	0,2	0,3	0,3	0,5
Oxigênio, max	0,18	0,25	0,35	0,4
Titânio	balanço	balanço	balanço	balanço

a. **METALOGRAFIA**

George (1984) afirma que técnicas de exames macroscópicos são frequentemente empregadas em controles de qualidade rotineiros, em análises de falha de materiais e em pesquisas científicas. Segundo ele, em controle de qualidade, as etapas de fabricação são geralmente estabelecidas de acordo com as práticas determinadas, e os métodos de análise macroscópicos são usados para detectar desvios da norma.

A microestrutura tem uma forte influência sobre a propriedade e sucesso no uso de metais e suas ligas. Assim, a determinação e o controle da microestrutura requer o uso de exames metalográficos. A norma ASTM E3-95 afirma que, uma vez que muitas especificações contêm as exigências com relação à microestrutura, o maior uso do exame metalográfico é a inspeção para se certificar que os requisitos foram atendidos. Assim, o objetivo primário da metalografia é revelar os constituintes e a microestrutura dos metais e suas ligas, servindo para avaliações de áreas de fratura de placas e parafusos, através da microscopia ótica ou por microscopia eletrônica. Em certos casos, a forma de avaliação - microscopia ótica ou eletrônica – fica em segundo plano, uma vez que a seleção e preparação das amostras correspondem às etapas de maior importância.

Em estudos sobre falhas de material, George (1984) afirma que frequentemente não se sabe os detalhes específicos sobre o processo de fabricação e manuseio da matéria prima até o produto final. Assim, os engenheiros usam testes macro e microscópicos para avaliar qualidade, localizar áreas com problemas para pesquisas futuras e, em alguns casos, para determinar como o componente foi produzido. Em algumas pesquisas, as etapas de processamento são bastante variadas, e o exame macroscópico é projetado para mostrar diferenças devido a mudanças nas práticas de produção. A interpretação dos dados desses testes requer uma compreensão do processo de produção, uma vez que a macro e microestrutura são influenciadas pelo processo de solidificação e procedimentos a frio ou a quente utilizados. Assim, não pode haver diferenças pronunciadas na macroestrutura, uma vez que fatores tais como método de modelagem, forma e tamanho do lingote e análises químicas irão alterar significativamente o padrão de solidificação. Além do processo de usinagem, a microestrutura, ou a constituição química desses materiais é outro ponto de vulnerabilidade.

Nenhum material pode ser considerado inteiramente homogêneo, nem macroscopicamente nem microscopicamente. O grau de heterogeneidade pode variar drasticamente, dependendo da natureza do material, do método de produção e do custo envolvido para produzi-lo. Assim, certos problemas, tais como microcavidades ou acúmulos de cristais de hidrogênio são, de forma geral, bastante prejudiciais. Felizmente, o grau de heterogeneidade usual não representa um problema no uso de produtos comerciais, uma vez que essas variações são mantidas numa faixa de limite restrito (George, 1984).

Dentre os procedimentos metalográficos disponíveis, o teste de ataque ácido é provavelmente o mais informativo e é amplamente utilizado para controle de qualidade, análises de falhas e pesquisas, uma vez que esse teste fornece uma avaliação visual da homogeneidade e solidez da matéria prima. Trata-se da decapagem da superfície de secção transversa em solução ácida até exibir sua microestrutura (George, 1984).

Ao avaliar, através de metalografia, o comportamento de Ti c.p. ao ataque ácido com fluoretos, Ribeiro *et al.* (2005) verificaram que há formação de produtos de corrosão, que danificam a camada protetora, gerando pontos brilhantes na superfície, que podem ser produtos de flúor ou compostos

intermetálicos, fatores que propiciaram, em alguns casos, alteração na dureza Vickers.

Cortes em secção transversa podem proporcionar muitas informações importantes, uma vez que proporcionam visão perpendicular ao eixo de aquecimento (hot-working); no entanto, as análises com secção longitudinal são usadas para estudar as fibras, segregação e inclusões (George, 1984).

b. TESTE DE DUREZA

Segundo diretrizes da ASTM E384-11e1, os testes de dureza são utilizados para avaliação de materiais, análise de qualidade de controle dos processos de produção e em pesquisas para desenvolvimento de novas tecnologias. A propriedade da dureza, embora empírica, pode ser relacionada à resistência à aplicação de cargas de muitos metais e como um indicador da resistência ao desgaste e ductilidade.

No entanto, a propriedade de dureza de um material pode ser alterada através de tratamentos térmico ou químico, favorecendo seu uso em situações distintas. Segundo Ribeiro *et al.* (2005), quando estruturas de titânio são submetidas a tratamentos térmicos, os problemas frequentemente associados a fundição, como inclusão de gases, baixa densidade, alta pressão de injeção do molde, podem ser contornados. O tratamento térmico visa, sobretudo, aliviar as tensões do processo de fundição e otimizar propriedades especiais como resistência a fratura, resistência a fadiga e a dureza.

As ligas $\alpha + \beta$ podem ter sua resistência mecânica aumentada por tratamento térmico, o qual é feito sob alta temperatura no campo $\alpha + \beta$, seguido de resfriamento em água, óleo ou uma solução refrigerante. Como resultado do resfriamento, a fase β presente na solução tratada termicamente pode ser retida ou parcialmente transformada. A resposta específica depende da composição da liga, do tipo de tratamento térmico, da velocidade de resfriamento e do tamanho da amostra. O tratamento térmico amaciador, conhecido tecnicamente por *têmpera*, consiste no aquecimento da amostra a uma dada temperatura, com posterior resfriamento imediato em gelo ou óleo à temperatura ambiente. O tratamento térmico endurecedor, conhecido tecnicamente por *recozimento*, consiste no aquecimento da amostra a uma

dada temperatura seguido de resfriamento lento até a temperatura ambiente, com ou sem controle de atmosfera. (Ribeiro, 2005).

Quando materiais a base de titânio são expostos ao meio com gás oxigênio, os forma-se uma camada de óxido de 3 nm a 5 nm de espessura sobre a superfície do titânio, a qual entrará em contato com os tecidos hospedeiros. Essa camada é muito resistente ao ataque químico e altamente protetora, conferindo ao titânio alta resistência à corrosão em condições fisiológicas e a ácidos orgânicos. Porém, quando em contato com íons fluoretos, o titânio sofre processo de corrosão, que é acelerada com o aumento de concentração de íons flúor e a diminuição do pH do meio. A presença de íons fluoreto em meio aquoso pode gerar um ataque na superfície do titânio decorrente da formação do complexo de moléculas titânio-flúor, que são muito estáveis. Portanto, esse ataque pode danificar a camada protetora do titânio, e quando se realiza o teste de dureza Vickers, verifica-se que o titânio fica com o valor de dureza aumentado, porém mais friável, o que tem um efeito negativo (Ribeiro, 2005).

Os ensaios de dureza avaliam a propriedade que se relaciona diretamente com a resistência mecânica do material à deformação plástica. Esses testes de dureza podem ser por penetração, risco ou choque. Nos casos dos materiais metálicos, os métodos mais utilizados são os testes de dureza por penetração: Brinell, Vickers, Knoop e Rockwell. O teste de dureza Vickers representa o teste mais abrangente e que pode ser utilizado com a maior diversidade de materiais. Este método leva em conta a relação ideal entre o diâmetro da esfera do penetrador Brinell feito de diamante e o diâmetro da calota esférica obtida, e vai além porque utiliza outro tipo de penetrador, que possibilita medir qualquer valor de dureza, incluindo desde os materiais com os mais altos módulos de elasticidade até os materiais com os menores. A dureza Vickers baseia-se na resistência que o material oferece à penetração de uma pirâmide de base quadrada e ângulo entre as faces opostas de 136° , sob uma determinada carga. Dessa forma, o valor da dureza Vickers (HV: Hardness Vickers) é o quociente da carga aplicada (F) pela área de impressão (A) deixada no corpo analisado.

Quando os testes de dureza Knoop e Vickers foram desenvolvidos, os níveis de força eram especificados em gramas-força (gf) e quilogramas-força

(kgf). Essas padronizações especificam as unidades de força e comprimento no Sistema Internacional de Unidades - International System of Units (SI) – com força em Newtons (N) e comprimento em milímetro (mm) ou micrômetro (μm). Entretanto, devido ao uso histórico e comum, os valores de força em unidades de gf e kgf são usados para fornecer informação e muita discussão sobre esses padrões como os métodos de apresentação desses resultados se referem a essas unidades (ASTM E384-11e1, 2009).

No teste de dureza Vickers, o penetrador geralmente produz uma marcação geométrica similar em todos os testes de força. Exceto em testes com aplicação de forças muito baixas, que vão produzir identações com diagonais menores que $25\ \mu\text{m}$, o valor da dureza será essencialmente o mesmo produzido pelo teste Vickers em testes com forças maiores que 1kgf, desde que o material testado seja razoavelmente homogêneo. Para materiais isotrópicos, as duas diagonais do indentador Vickers são de tamanho igual. O indentador Knoop não produz uma marcação geometricamente similar em função do teste de força. Conseqüentemente, a dureza Knoop varia com a força aplicada no teste. Devido a sua forma romba, a profundidade da indentação é menor para a indentação Knoop quando comparada à Vickers. As duas diagonais do penetrador Knoop são marcadamente diferentes. Idealmente, a diagonal longa é 7,114 vezes mais longa do que a diagonal curta, mas essa razão é influenciada pela recuperação elástica do material. Assim, o penetrador Knoop é mais útil para avaliação de gradientes de dureza ou revestimentos finos de amostras bem selecionadas (ASTM E384-11e1, 2009).

c. ANÁLISE DE OXIGÊNIO E NITROGÊNIO

O titânio puro, assim como a maioria das ligas de titânio, cristaliza a baixas temperaturas em uma estrutura hexagonal compacta ideal, denominada fase α . Em altas temperaturas, entretanto, a estrutura cúbica é mais estável e é denominada de fase β . A temperatura na qual ocorre a mudança entre essas fases – β transus – para o titânio puro é de $882 \pm 2^\circ\text{C}$. A existência de duas estruturas cristalinas diferentes e das temperaturas de transformação alotrópica

correspondentes é de central importância, uma vez que elas são a base para a grande variedade de propriedades das ligas de titânio (Leyens, 2003).

A composição química das ligas de titânio determina primeiramente as propriedades e o volume da fração das fases α e β (Leyens, 2003). Assim, dependendo da sua influência sobre a temperatura de transferência – β transus, os elementos das ligas de titânio são classificados como neutros, α -estabilizadores, ou β -estabilizadores. Leyens (2003) afirma ainda que, além dos elementos regulares presentes nas ligas, existem também elementos não metálicos primários na ordem de 100ppm presentes como impurezas. Entre os α -estabilizadores, o alumínio é certamente o mais importante elemento nas ligas de titânio. Outros elementos intersticiais, como oxigênio, nitrogênio e carbono também pertencem a essa categoria. Além de estender a fase α a altas temperaturas, os α -estabilizadores propiciam o surgimento do campo de fase dupla $\alpha + \beta$.

A alta afinidade do titânio com o oxigênio propicia, até mesmo em temperatura ambiente, a formação de uma camada muito fina e densa de óxido de titânio (TiO_2) sobre a superfície do metal, sendo esta a razão para o excelente comportamento à corrosão das ligas de titânio. Entre as classes das ligas de titânio, a fase α é mais estável que β . A temperatura de operação máxima das ligas de titânio não é limitada primariamente pela força/rigidez insuficiente, mas pelo pobre comportamento à corrosão em altas temperaturas. Assim, a fase β é mais susceptível do que a fase α . A alta reatividade com o oxigênio e o hidrogênio do meio ambiente – uma desvantagem para as ligas de titânio – pode causar fragilidade na liga. Portanto, a soldagem das ligas de titânio tem que ser realizada em vácuo ou em uma atmosfera com gás inerte (Leyens, 2003).

As ligas da fase α são primariamente usadas na indústria química e em processos de engenharia industrial. Os vários graus de titânio comercialmente puro – ligas de titânio com porcentagens variadas de partículas de impurezas, tais como oxigênio, ferro, nitrogênio e carbono – diferem principalmente pela composição de oxigênio. Como um elemento intersticial das ligas, o oxigênio aumenta drasticamente a força/resistência à deformação plástica com uma redução simultânea na ductibilidade. Para alcançar os níveis de resistência do titânio comercialmente puro, apenas o oxigênio é intencionalmente adicionado

à liga; enquanto elementos como o carbono e ferro são considerados impurezas introduzidas nas ligas pelo processo de produção. Os quatro graus de ligas de titânio variando de 1 a 4 (Tabela 1) ocorrem em temperatura ambiente, sob uma variação de 240 a 740 Mpa de pressão (Leyens *et al*, 2003).

O estudo das propriedades físicas e da constituição dos materiais usados em fixação interna no esqueleto craniofacial é essencial para o bom desempenho mecânico frente às forças mastigatórias exercidas na região. Estes implantes, na forma de parafusos, placas ou pinos, estabilizam as fraturas e suportam as cargas exercidas, fisiologicamente ou não, na região. Surge, então, a necessidade de colocar-se em questão a matéria prima utilizada na produção dessas placas e parafusos.

3. PROPOSIÇÃO

Neste trabalho, o objetivo foi avaliar a microestrutura, através de análise metalográfica, teste de dureza Vickers e análise da composição de oxigênio e nitrogênio, de materiais de fixação interna de 4 marcas comerciais utilizadas em Cirurgia Bucomaxilofacial.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Para desenvolver as análises e chegar aos resultados entre os grupos, deu-se início ao desenvolvimento do trabalho com o preparo do material e confecção dos corpos de prova com quatro marcas comerciais de material de fixação utilizados em Cirurgia Bucomaxilofacial.

a. Seleção dos materiais: placas e parafusos

Para a realização desse trabalho, foram selecionados quatro fabricantes, sendo dois nacionais e dois internacionais, cada um contendo a seguinte divisão com a descrição e identificação de cada amostra, de acordo com as especificações fornecidas pelo fabricante.

-Grupo I: marca Leibinger® (Stryker Corporate, Michigan-USA).

03 parafusos de titânio de 2.0x10mm

- Lote: 9A800F0139 – embalagens 0297 e 0298
- Quality control: 54
- Referencia: 52-82018

03 placas de titânio com quatro furos reta do sistema 2.0mm

- Espessura: 0,98mm
- Lote: C5600F1340 – embalagens 0164 e 0165
- Quality control: 20
- Referência: 01-08203

-Grupo II: marca Tóride® (Tóride Indústria e Comércio Ltda. – Mogi Mirim, São Paulo – Brasil).

03 parafusos de titânio de 2.0x10mm

- Lote: I00334/011857
- Código: 1.36.20.03.06.010
- Nº controle: 227
- Fabricação: 25/02/2011
- Reg. Anvisa: 80084420003
- Material: liga titânio F-136

03 placas de titânio com quatro furos reta do sistema 2.0mm

- Espessura: 0,92mm
- Lote: I00333/011860
- Código: 1.67.20.00.04.000
- N° controle: 231
- Fabricação: 25/02/2011
- Reg. Anvisa: 80084420006
- Material: titânio F-67

-Grupo III: marca Engimplan® (Engimplan – Rio Claro, São Paulo – Brasil).

03 parafusos de titânio de 2.0x10mm

- Lote: não fornecido
- Código: não fornecido
- N° controle: não fornecido
- Fabricação: não fornecido
- Reg. Anvisa: não fornecido
- Material: não fornecido

03 placas de titânio com quatro furos reta do sistema 2.0

- Espessura: 0,81mm
- Lote: não fornecido
- Código: não fornecido
- N° controle: não fornecido
- Fabricação: não fornecido
- Reg. Anvisa: não fornecido
- Material: não fornecido

-Grupo IV: marca Medartis® (Medartis AG – Basel, Suíça).

03 parafusos de titânio de 2.0x10mm

- Lote: R06Z120
- Art. No.: M-5243. 10
- Descript.: MODUS ® 2.0 SpeedTip® Screw HD6, φ 2.0mm, L 10mm, 5/Pkg

03 placas de titânio com quatro furos reta do sistema 2.0mm

- Espessura: 1mm
- Lote: J11G32
- Art. No.: M-4820
- Descript.: MODUS Trauma 2.0 Cranial plate, 4 hole, straight, long
- Material: titânio F-67

Cada grupo de material foi adquirido em embalagens não estéreis com as devidas especificações fornecidas pelo fabricante para identificação. Porém, o grupo III (Engimplan) forneceu o conjunto de placas e parafusos sem identificação alguma, ficando impossível a determinação do lote de fabricação bem como de qualquer informação mais específica sobre o processamento e identificação desse material.

b. Preparação dos corpos de prova

Foram selecionadas três placas e três parafusos de cada grupo de material do estudo para o preparo dos corpos de prova.

Inicialmente, cada placa teve um elo seccionado na máquina ISOMET 2000 PRECISION SAW (modelo 11-2480. BUEHLER® – Lake Bluff, Illinois-USA) com disco de corte diamantado (102x0.3x12.7mm AROTEC®, SP), com uma carga de 400g de força a 1500 rpm e refrigeração com água corrente. O elo separado da placa de cada grupo de material foi isolado e destinado à análise de composição de oxigênio e nitrogênio, posteriormente.

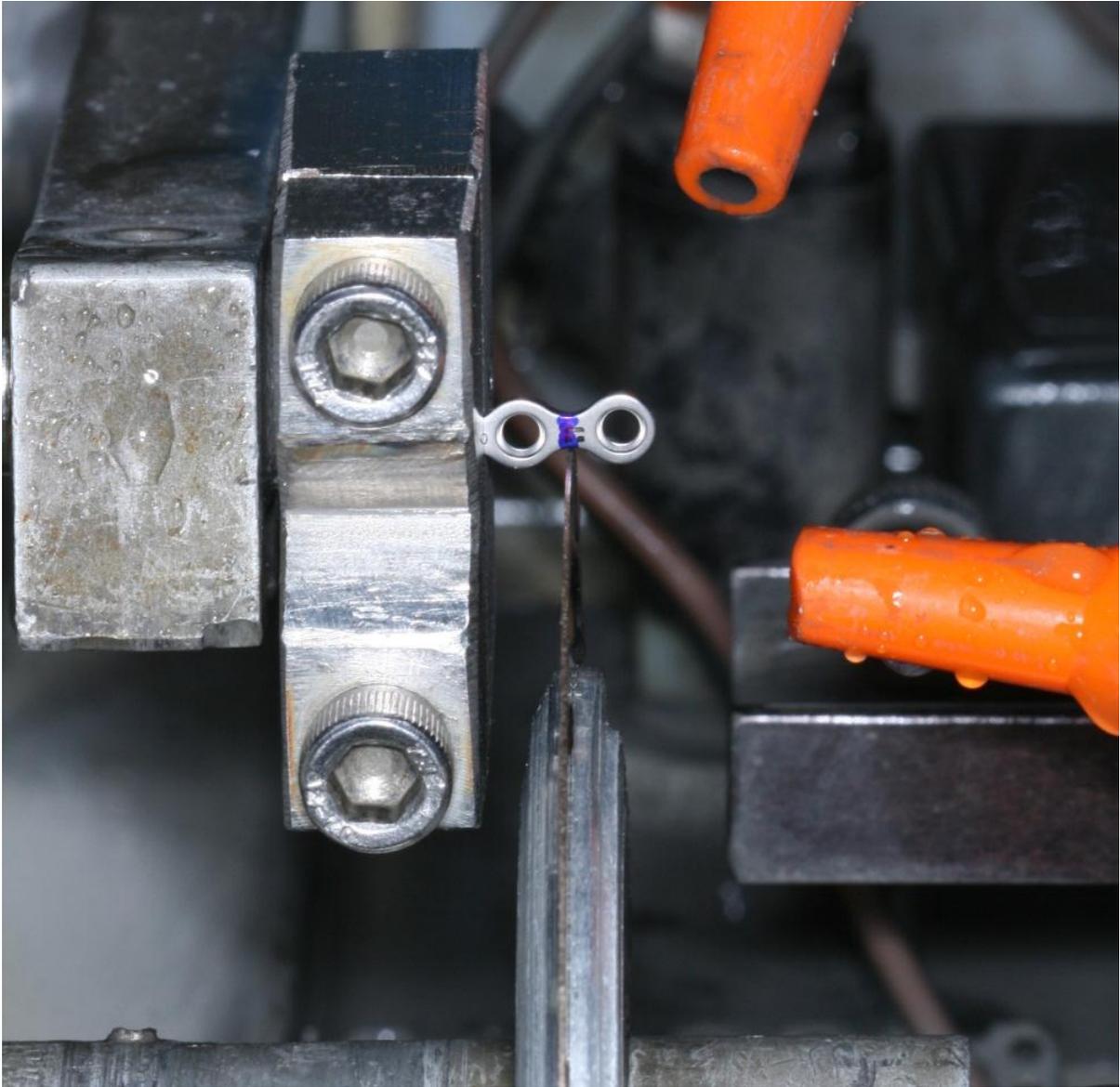


Figura 1: Placa fixada ao suporte para realização de corte de elo na máquina ISOMET 2000 PRECISION SAW (modelo 11-2480. BUEHLER® – Lake Bluff, Illinois-USA) com disco de corte diamantado (102x0.3x12.7mm AROTEC®, SP) sob refrigeração com água corrente.



Figura 2: (A) Disposição de amostra de placas e parafusos do grupo I (Leibinger) com marcação na região onde será realizado o corte do segmento (seta). (B) Placa do grupo II (Tóride) já seccionada com segmento de placa inferiormente, utilizado nos testes metalográfico e de dureza, e segmento de elo superiormente, utilizado para teste de composição de gases.

Cada segmento de placa com três elos e cada parafuso do sistema correspondente foi incluído em resina para inclusão (Epomet Molding Compound®, Buehler – USA) com prensagem a quente (Pré-30S, AROTEC®, SP) durante 15min, resultando em três corpos de prova com segmento de placa de três elos e três corpos de prova com parafusos, de cada grupo. No total, foram confeccionados 12 corpos de prova com segmento de placa e 12 corpos de prova com parafuso.

O processo obedeceu à seguinte sequência ilustrada abaixo:

- Inserção de segmento de placa dentro do compartimento do pistão (A e B)
- Despejar resina em pó sobre o segmento de placa ou parafuso dentro com compartimento (C)
- Inserir tampão selador e vedar com trava (A)

-B e C: comprimir resina com ativação de macaco hidráulico de força até atingir $100\text{kg}/\text{cm}^2$ de pressão, mantendo constante até o final do processo, em 15 minutos.

D: girar trava e destampar pistão

E: resfriar corpo de prova



Figura 3: (A): máquina de prensagem a quente (Pré-30S, AROTEC®, SP) para confecção de corpo de prova; (B): placa inserida no interior do compartimento do pistão de compressão, seguida da adição de resina (C); após 15 min obtém-se corpo de prova bruto (D e E).

c. Polimento dos corpos de prova

Após sair da máquina de prensagem a quente, obteve-se o corpo de prova em estágio bruto, sem polimento e com imperfeições na sua superfície. No entanto, para realização dos testes propostos inicialmente, cada peça deve passar por uma série de lixas e pano de polimento para que a superfície fique livre de imperfeições e resíduos mecânicos decorrentes do próprio processo.

Dessa forma, utilizou-se uma série de lixas com granulações progressivas de 100, 220, 400, 600 e 1200 (Lixa de água, 3M) na máquina de polimento (Politriz AROPOL 2V, AROTEC®, SP). Cada lixa foi utilizada com irrigação de água corrente até que as ranhuras provocadas pelos grânulos da lixa anterior desaparecessem, girando 90° o corpo de prova a cada troca de lixa de polimento. O polimento fino foi realizado com panos de lã diamantados (DP-MOL 200mm de diâmetro, STRUERS®, Dinamarca) e pasta de diamante (Pasta de Diamante para preparação metalográfica, tipo S, AROTEC) na granulometria de 6 µm.

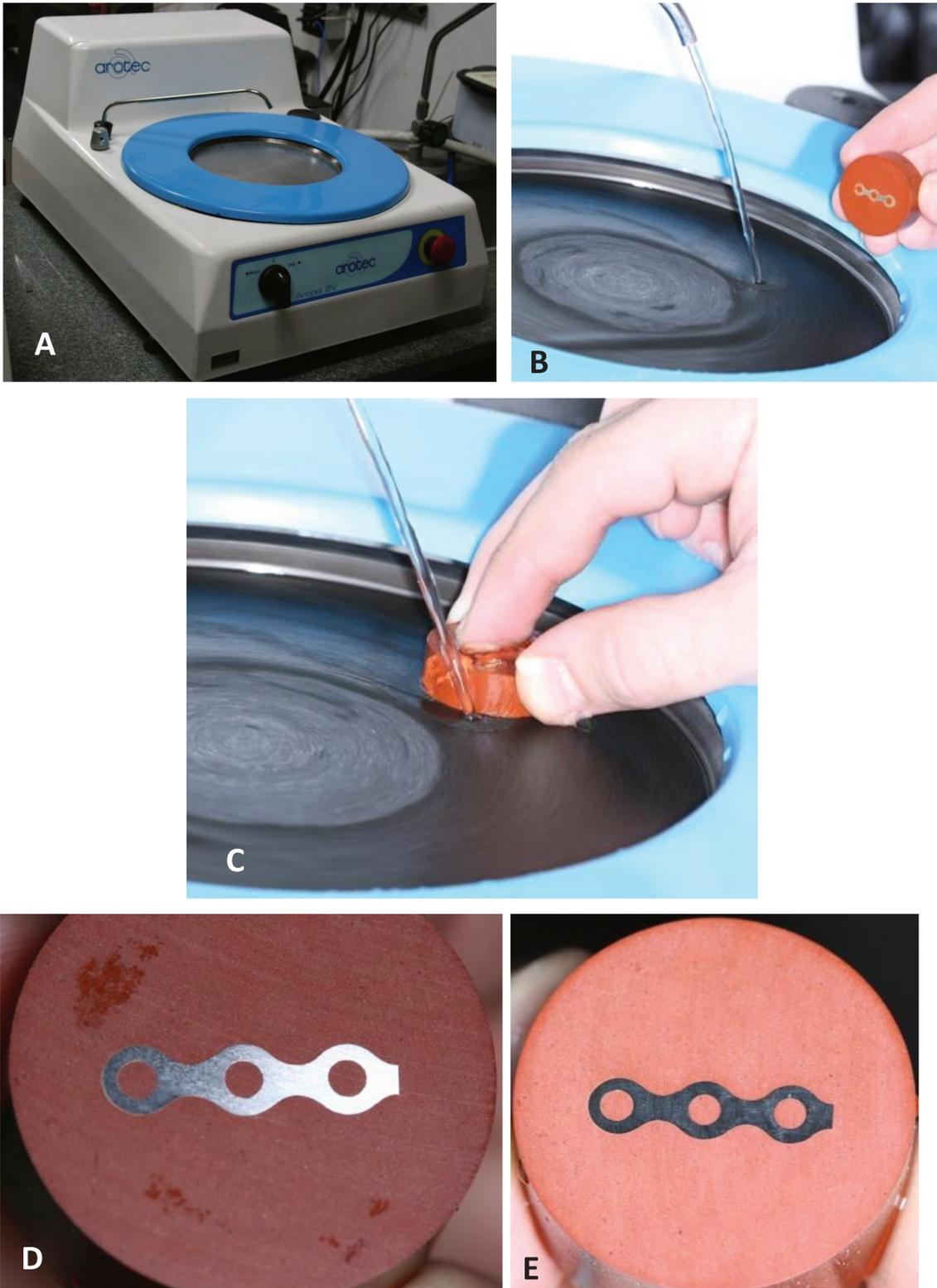


Figura 4: Sequência de polimento de corpo de prova: (A): máquina Politriz (AROPOL 2V, AROTEC®, SP) com lixa inicial e irrigação com água corrente acionada para evitar aquecimento e realizar remoção de resíduos de desgaste do corpo de prova (B e C). Em (D), imagem de corpo de prova após polimento com lixa inicial apresentando ranhuras horizontais. Após submeter a amostra à lixa seguinte, a mesma é girada 90°, surgindo ranhuras verticais (E).

O polimento final foi obtido na máquina de polimento automática EcoMet® 250 Grinder-Polisher and AutoMet® 250 Power Head (Buehler®, Chicago, USA) com líquido de polimento/lubrificação OPS SUSPENSION (STRUERS®, Dinamarca) durante 20 minutos, em média. Com essa etapa, obteve-se o polimento máximo da superfície do corpo de prova, podendo agora ser levado para análise metalográfica no microscópio óptico.



Figura 5: A: líquido de polimento e lubrificação OPS SUSPENSION (STRUERS®, Dinamarca) utilizado no polimento final. B: máquina de polimento automática EcoMet® acionada com disco com ajuste para polimento de até quatro corpos de prova simultaneamente, utilizando líquido para polimento/lubrificação OPS Suspension (B e C). D: após 20 minutos de polimento automático, o processo é finalizado, e os corpos de prova estão prontos para a metalografia.

d. Realização de ataque ácido

Após realização de toda a sequência de polimento dos corpos de prova, é necessário um último preparo da superfície antes de realizar metalografia. Assim, a microestrutura foi revelada através de ataque químico de Kroll, (10mL de HF, 5mL de HNO₃, 85mL de H₂O) para remoção de impurezas da camada superficial e exposição dos cristais de titânio. As variações na estrutura cristalina do titânio modificam suas propriedades físicas e químicas, alterando suas características metalúrgicas e mecânicas. Estas modificações, que são microestruturais, não são percebidas a olho nu e nem mesmo com microscopia de grande aumento. Porém, como possuem propriedades físico-químicas distintas, podem ser atacadas de maneira diferente por uma solução ácida adequada. No caso do titânio, a solução de Kroll é a mais utilizada para este ataque, o qual revela (mesmo a olho nu para grandes extensões), a região do metal que sofreu uma transformação alotrópica de fase.



Figura 6: Corpo de prova sendo atacado com reagente ácido de Kroll. A solução permanece em contato com a superfície da peça por cerca de 30 segundos, sendo depois, lavada com água corrente.

e. Análise metalográfica

A preparação para análise metalográfica foi realizada com base na norma ASTM E3-95 (2001), conforme descrito acima.

Os corpos de prova foram analisados no microscópio óptico nos aumentos de 50x e 1000x, de forma sequencial, para visualização dos cristais de titânio.

Na análise dos corpos de prova contendo segmento de placa com três elos, foram delimitadas três regiões a serem analisadas:

- margem interna de elo de placa
- região central de segmento de elo de placa
- margem externa de elo de placa

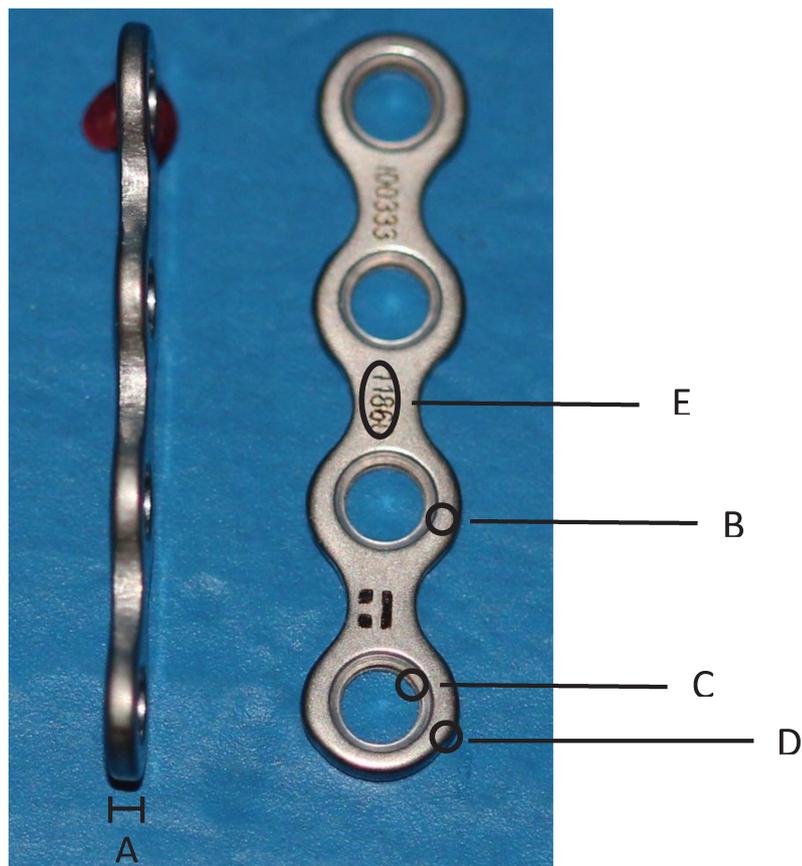


Figura 7: imagem de placa do grupo II (Tóride) representando as regiões analisadas. A: Perfil da placa; B: região central de segmento de elo de placa; C: margem interna de elo de placa; D: margem externa de elo de placa; E: região central de segmento de placa onde foram realizadas as identificações do teste de dureza.

Cada região foi analisada no microscópio óptico e registrada por meio de fotografia pelo programa Image-Pro® Plus 5.1.(Media Cybernetics, Inc. Silver Spring, Maryland-USA).

Na análise dos corpos de prova contendo parafusos, foram delimitadas as seguintes regiões:

- região central do corpo do parafuso
- margem lateral compreendendo segmento de espira do parafuso

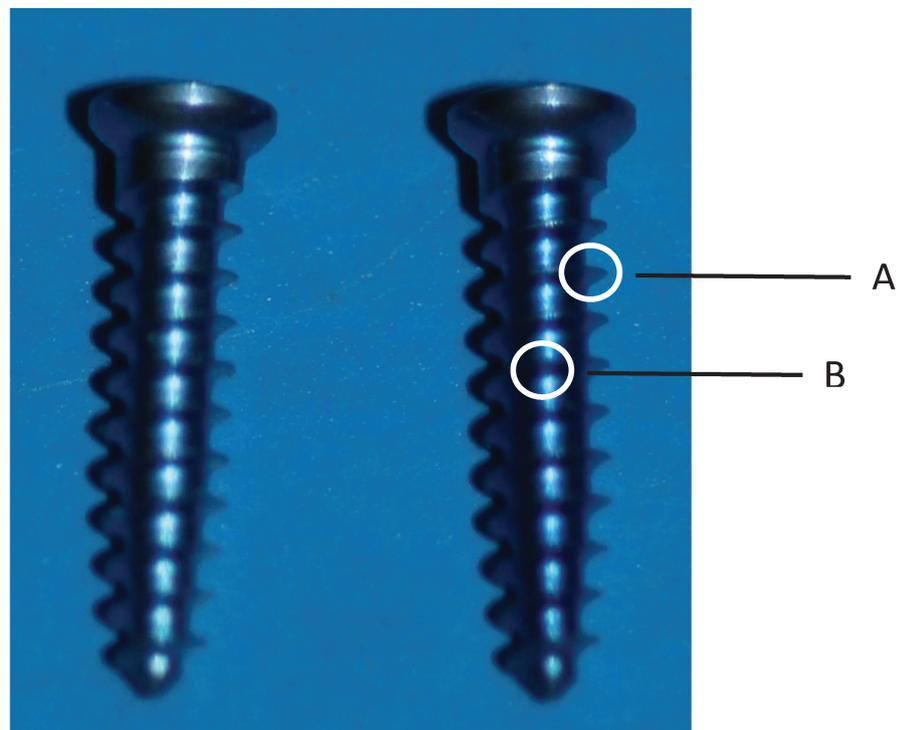


Figura 8: imagem de parafuso do grupo II (Tóride) representando as regiões analisadas. A: margem lateral compreendendo segmento de espira do parafuso. B: região central do corpo do parafuso.

Cada região foi analisada com os aumentos sequenciais no microscópio óptico e registrada por meio de fotografia pelo programa Image-Pro® Plus 5.1.

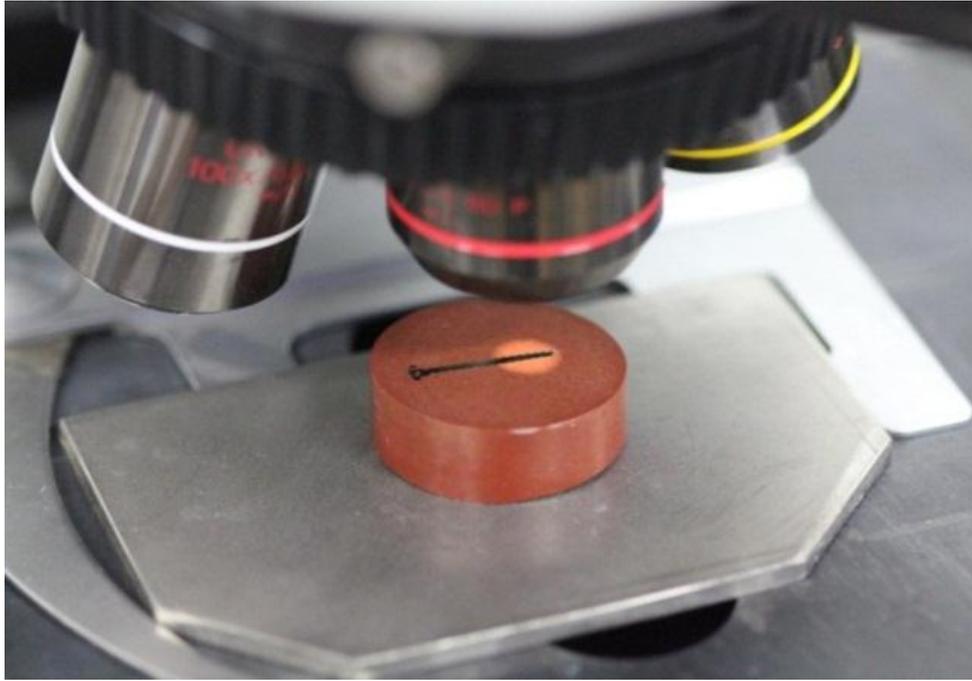


Figura 9: Corpo de prova sendo visualizado em microscópio óptico no aumento de 50x para avaliação da microestrutura de parafuso do grupo I (Leibinger).

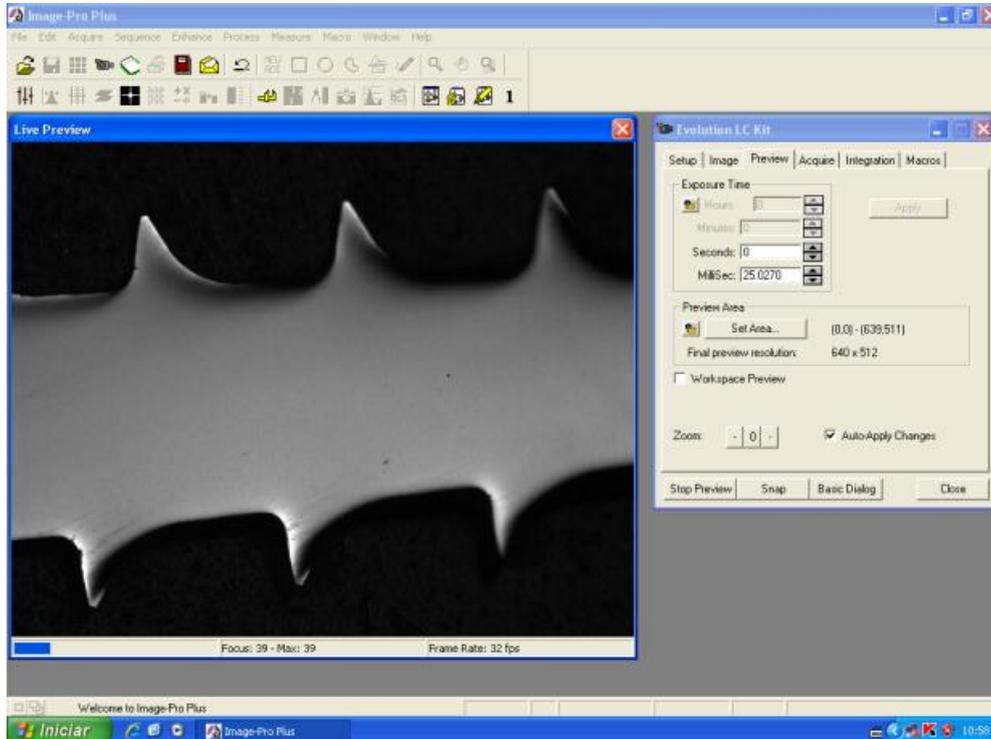


Figura 10: Captura de imagem da análise metalográfica de segmento de parafuso antes do ataque ácido de Kroll através do programa Image-Pro® Plus 5.1.

f. Teste de Dureza Vickers

O ensaio de dureza Vickers foi realizado em todas as amostras, conforme determinam os procedimentos de preparação e análise das normas ASTM E92 (2003) e ASTM E384 (2009).

Para realização do teste de dureza, cada corpo de prova dos quatro grupos foi inicialmente fixado na mesa de suporte de modo a manter um plano horizontal e livre de inclinações. O corpo de prova foi então levado à máquina de testes Durômetro (Buehler 2100, Illinois, USA) para iniciar a análise de dureza. Este aparelho conta com um penetrador de diamante de geometria piramidal de base quadrada com ângulo de 136° entre as faces opostas. O penetrador é acoplado a um microscópio óptico, que permite a medida das diagonais da impressão resultantes do ensaio.

Foi obedecida a seguinte sequência:

- uma secção de superfície plana, sem ranhuras e sem identações foi selecionada para a marcação inicial;
- o indentômetro com ponta de diamante foi acionado com uma carga de 200kgf, durante 15 segundos para gerar uma indentação na seção selecionada;
- a indentação, em seguida, foi mensurada, possibilitando a medida da dureza Vickers de cada peça.

O valor da dureza é determinado pela equação que correlaciona carga ($F=kgf$) com a média das diagonais (D).

Foi realizada análise de variância para avaliação da diferença entre a dureza das placas ($p=0,001$), e teste de Tukey para avaliação da dureza entre os grupos ($p<0,05$).

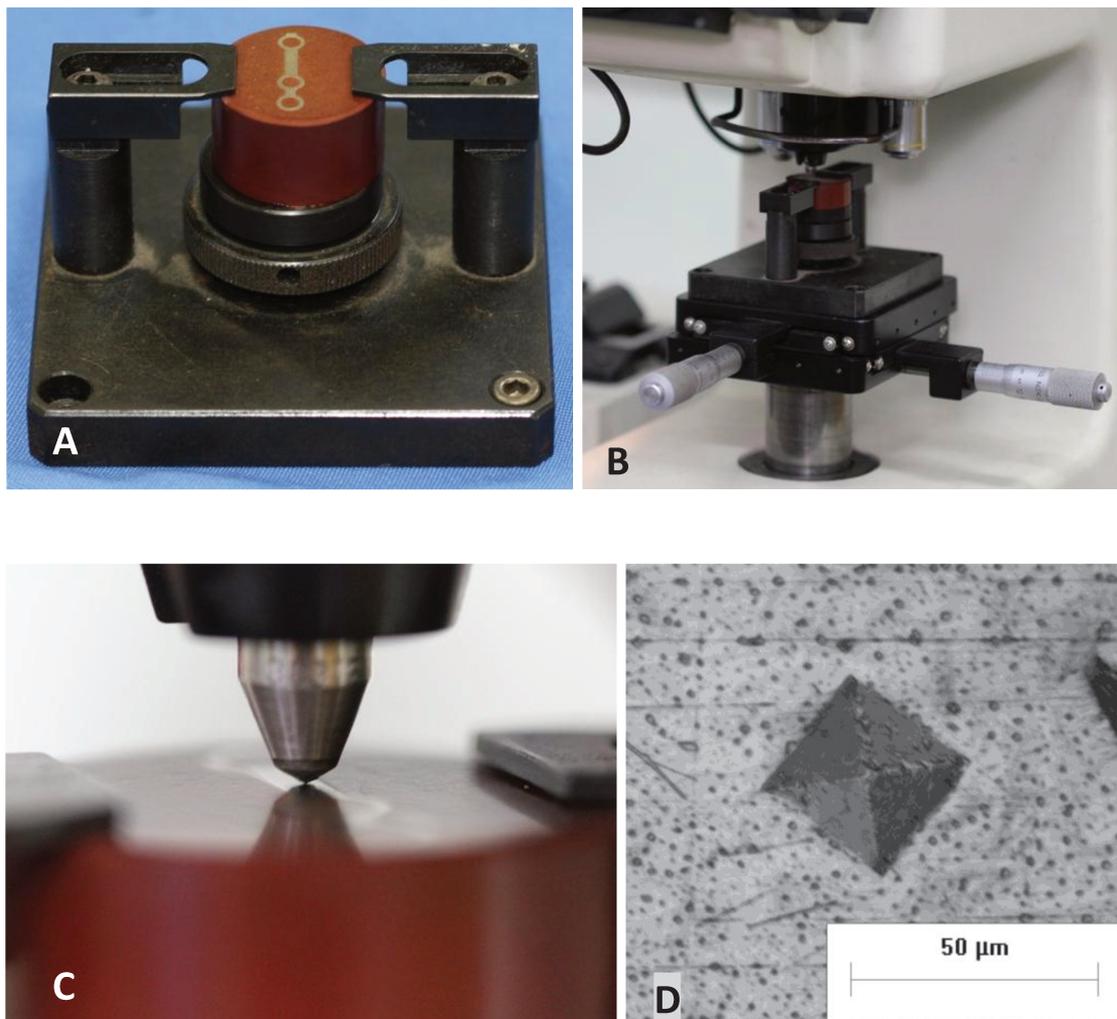


Figura 11: A: Corpo de prova ajustado na mesa de suporte e nivelamento com a horizontal; B: posicionamento do conjunto corpo de prova e suporte para realização do teste de dureza; C: acionamento de indentador sobre a superfície da amostra; D: imagem no microscópio óptico com aumento de 1000x revelando indentação no corpo de prova.

g. Análise de composição de oxigênio e nitrogênio

A análise da composição dos elementos intersticiais oxigênio e nitrogênio foi a última etapa realizada. Foram empregados os três parafusos e os três segmentos de elo de placa separados inicialmente, durante o seccionamento da placa para confecção dos corpos de prova. Cada conjunto de parafuso + elo foi mantido em um depósito seco fechado hermeticamente, até o momento do teste.

A análise dos elementos químicos em solução sólida intersticial foi realizada na máquina “Analisador de Oxigênio e Nitrogênio” LECO TC400 (LECO CORPORATION 3000 LAKEVIEW AVE, ST. JOSEPH, MI USA) pela

fusão direta das amostras em cadinhos de grafite, que combina o elemento químico carbono (C) com elemento químico oxigênio (O) liberado pela amostra. A determinação do teor de O é executada por meio da absorção de radiação infravermelha. O elemento de arraste utilizado na condução do elemento químico nitrogênio (N) liberado na fusão para um detector de condutibilidade térmica foi o Hélio 5.0 analítico.



Figura 12: Analisador de oxigênio e nitrogênio LECO TC400 (LECO CORPORATION 3000 LAKEVIEW AVE, ST. JOSEPH, MI USA).

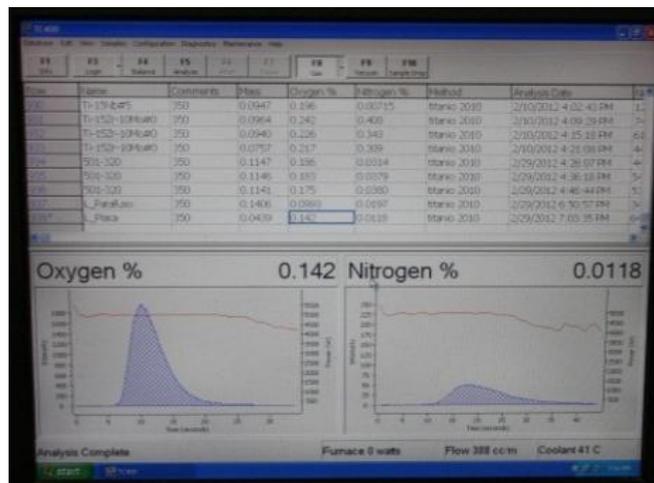


Figura 13: Imagem do resultado da análise com a composição de oxigênio e nitrogênio de uma amostra.

O processo se inicia com a decapagem das amostras (remoção de camada de óxidos) através de ataque ácido com solução de decapagem - constituído na proporção de três partes de ácido nítrico para uma parte de ácido fluorídrico, assim como determina a norma ASTM E 1409 para análise de O e N em titânio e suas ligas. Nesse momento, foi realizada imersão em solução ácida de cada elo de placa e cada parafuso de cada grupo da amostra de forma separada, sendo um por cada vez. O tempo de imersão era o suficiente para produzir reação e formação de gases de coloração amarelada, ou seja, cerca de três segundos em média. O procedimento foi realizado dentro de uma capela, de forma a proteger o profissional dos gases formados.

Em seguida, lavou-se cada amostra com água corrente para interromper o processo químico iniciado com a decapagem. Álcool foi utilizado logo após para lavar as amostras e secadas com jato de ar.

O procedimento de análise se iniciou com a medida do peso de cada amostra (elo de placa e parafuso) de forma individual. Removeu-se a amostra do recipiente no qual estava acondicionada por meio de uma pinça metálica e em seguida depositada no cesto de metal da balança de precisão para que fosse realizada pesagem do elo da placa ou do parafuso. A medida do peso era transmitida diretamente para o computador, que realizava a leitura do peso da amostra diretamente da balança.

Após ser pesada, acondicionou-se a amostra em um cadinho de níquel puro. O cadinho contendo a amostra era preso por uma pinça e introduzido no interior da máquina para iniciar o processo de análise. Enfim, a máquina era acionada e a análise realizada. Todo o processo teve duração aproximada de 2 a 3 minutos, para cada amostra. Ao final de cada processo, os dados da composição eram analisados e interpretados no computador que gerava gráficos e as porcentagens de oxigênio e nitrogênio de cada amostra.

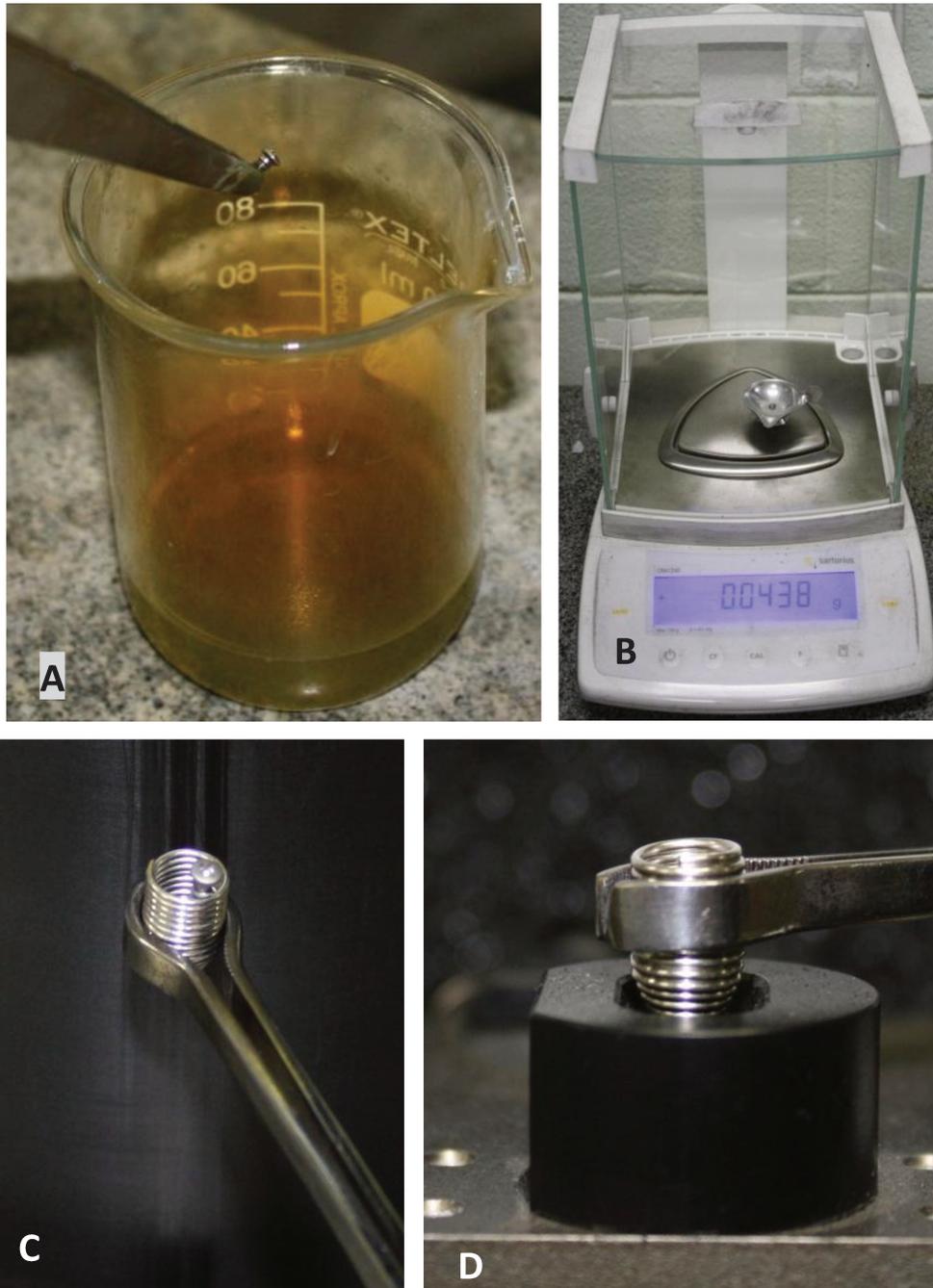


Figura 14: A: decapagem de parafuso para remoção de camada de óxidos e impurezas da superfície; B: registro da massa da amostra na balança digital de precisão; C: parafuso inserido no cadinho de níquel; D: conjunto cadinho de níquel + parafuso sendo inseridos no interior da máquina LECO TC400 (LECO CORPORATION 3000 LAKEVIEW AVE, ST. JOSEPH, MI USA) para avaliação da composição de oxigênio e nitrogênio.

5. RESULTADOS

a. Metalografia

A análise microestrutural revelou diferença de dimensão dos grãos entre os grupos de placas, fabricadas em Ti-Grau2. Os grãos dos grupos I (Leibinger), II (Tóride) e III (Engimplan) apresentaram tamanho médio de 30 μm . Já as placas do grupo IV (Medartis) apresentaram grãos com tamanho médio de 60 μm .

A análise constatou que os parafusos foram fabricados em Ti-Grau5 (Ti-6Al-4V), apresentando estrutura cristalina bifásica de Ti- α + β composta pela fase α equiaxial e pela fase β intergranular. Esta estrutura é típica de ligas Ti-6Al-4V aquecidas e tratadas termicamente abaixo da temperatura de transformação β -*Transus*. Essas ligas são normalmente laminadas à quente abaixo da β -*Transus* visto que acima desta temperatura ocorre uma precipitação da fase α acicular que compromete drasticamente a ductilidade do material.

Após análise metalográfica, foi possível visualizar a microestrutura de placas e parafusos dos quatro grupos testados. Abaixo, seguem as imagens dos segmentos.

a. Grupo I: Leibinger

- Placas

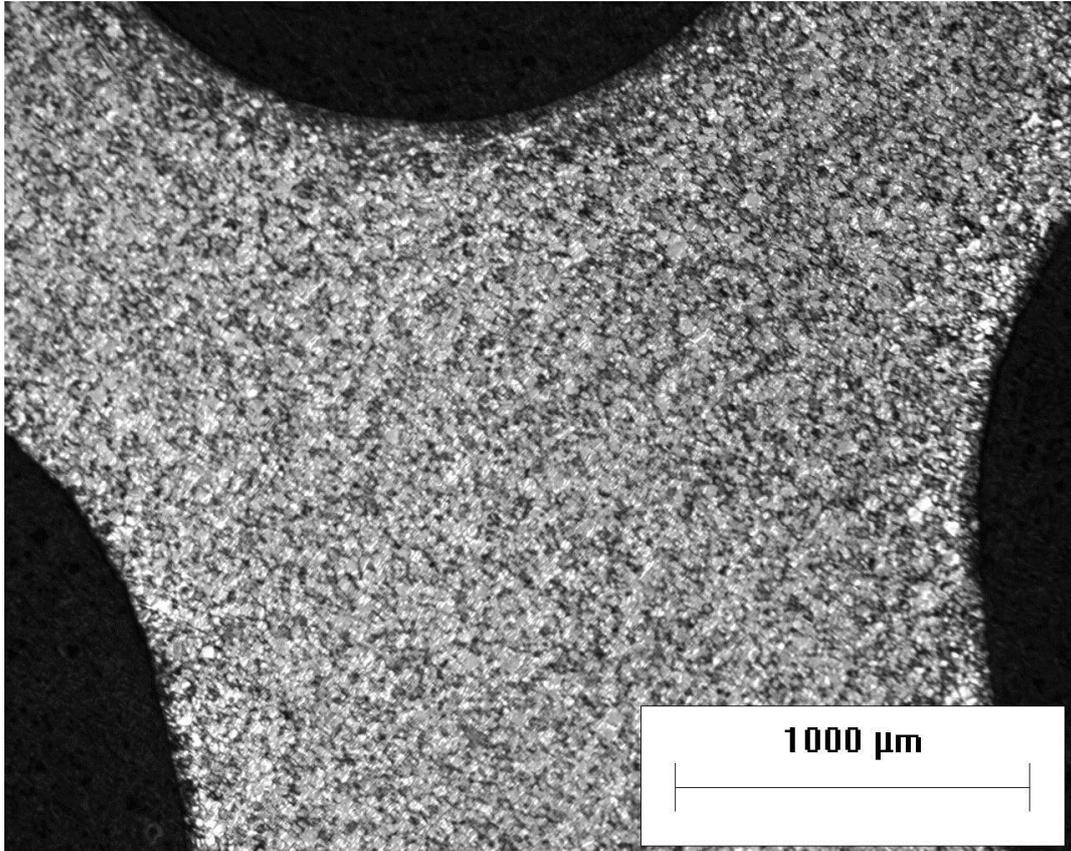


Figura 15: imagem obtida do microscópio óptico da metalografia de placa Leibinger com aumento de 50x mostrando margens externas laterais e margem interna de segmento de elo superiormente.

Observa-se segmento de placa em aumento de 50x, com margens externas laterais e margem interna de segmento de elo superiormente, com micrografia uniforme e ausência de partículas de impurezas.

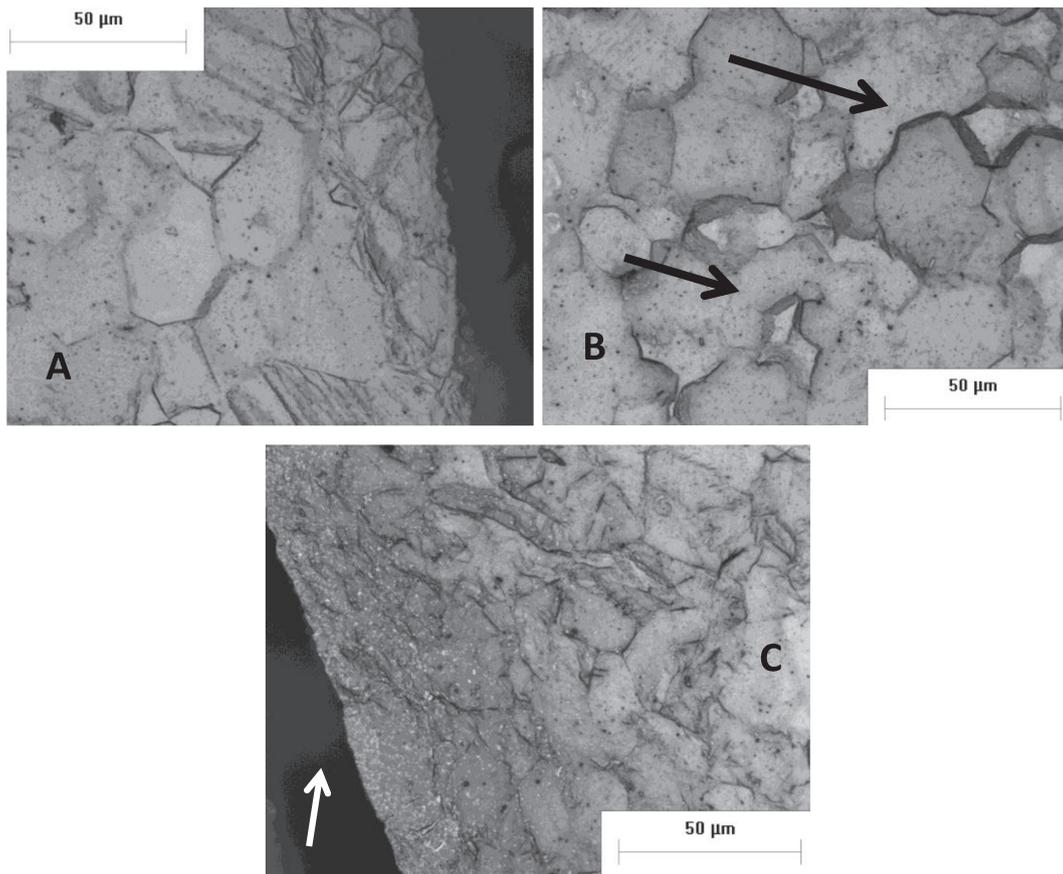


Figura 16: imagens obtidas do microscópio óptico da metalografia de placa Leibinger com aumento de 1000x. A: margem externa de segmento de elo, com poucos sinais de maclas e encruamento dos grãos; B: região central de elo com presença de maclação (setas); C: margem interna de segmento de elo mostrando sinais de encruamento dos grãos (seta).

Nas imagens das placas em aumento de 1000x, observam-se margem externa de segmento de elo à esquerda, região central de segmento de elo e margem interna de segmento de elo à direita. Na imagem ao centro, ou seja, da parte central do segmento de elo, pode-se perceber a ocorrência de maclação – deslizamento entre os planos de secção dos grãos – conforme indicado (seta). Na imagem à direita, observa-se a margem interna de segmento de elo com alteração da disposição e deformação da geometria dos grãos (seta). Esse fenômeno agrava-se à medida que se aproxima da margem interna.

- Parafusos

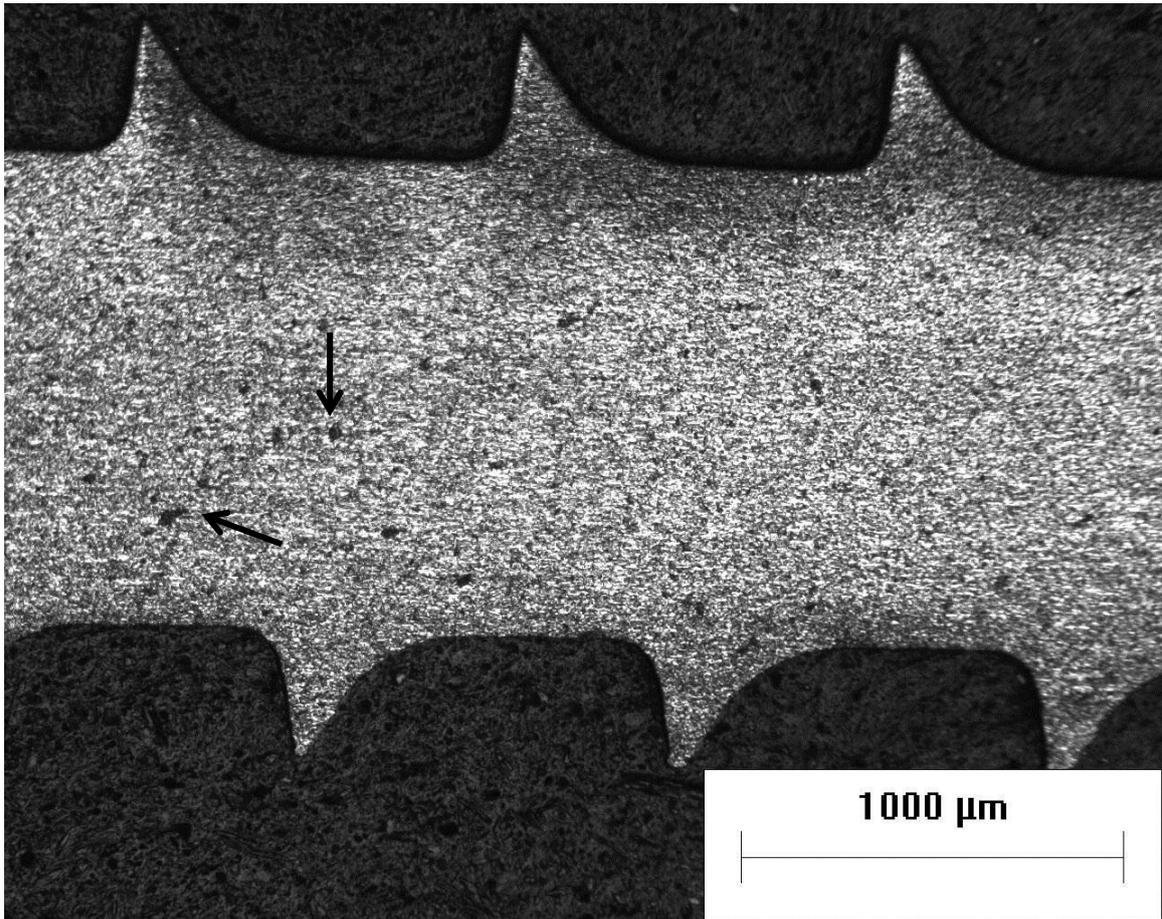


Figura 17: imagem obtida do microscópio óptico da metalografia de segmento de parafuso Leibinger com aumento de 50x mostrando sinais de partículas de impureza decorrentes do processo de polimento da amostra (setas)

Observa-se segmento de parafuso em aumento de 50x, evidenciando regiões de espiras e as depressões de passo de rosca, com micrografia uniforme e presença de partículas de impureza decorrentes do processo de polimento da amostra (setas).

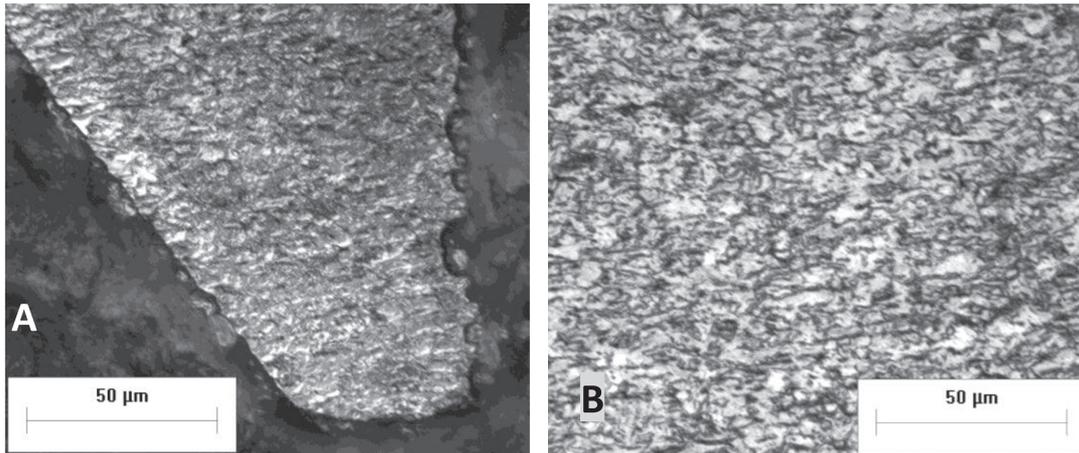


Figura 18: imagens obtidas do microscópio óptico da metalografia de parafuso Leibinger com aumento de 1000x. Região final de espira (A) e região central de segmento de parafuso (B) apresentando micrografia de estrutura regular.

Nas imagens dos parafusos em aumento de 1000x, observam-se região final de espiras à esquerda e região central de segmento de parafuso à direita. As imagens mostram micrografia com estrutura regular, com grãos de geometria uniforme, sem alteração entre as margens e o segmento central da amostra. Além disso, ocorre ausência de partículas de impurezas.

b. Grupo II: Tóride

- Placas

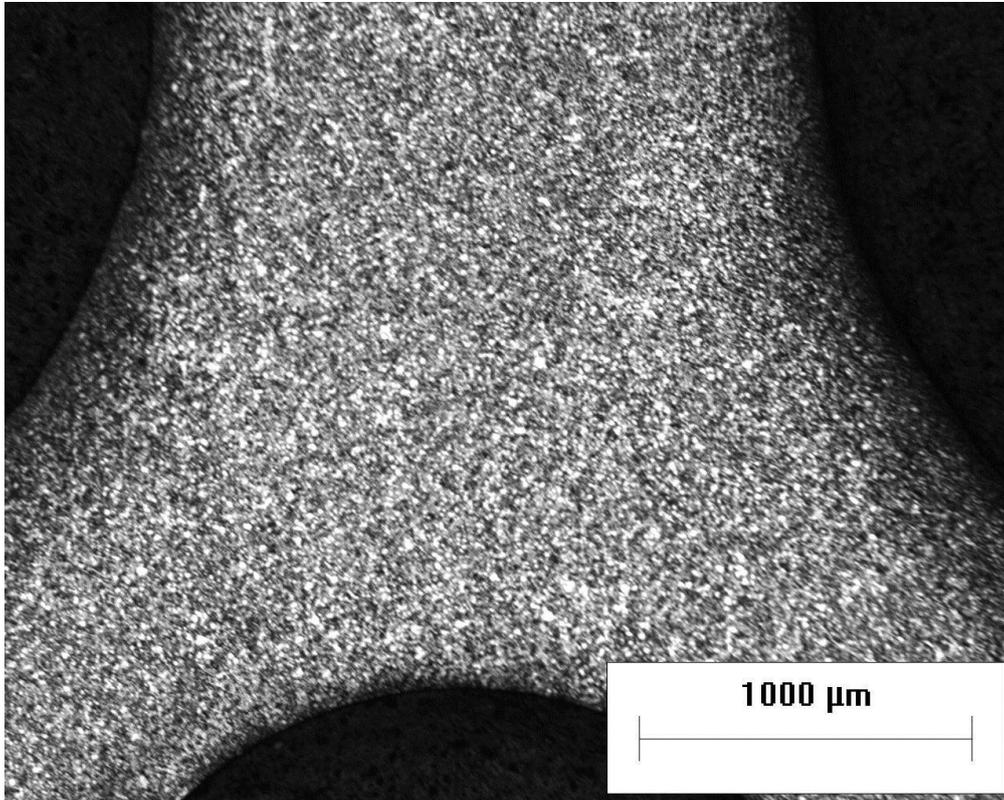


Figura 19: imagem obtida do microscópio óptico da metalografia de placa Tóride com aumento de 50x mostrando margens externas laterais e margem interna de segmento de elo inferiormente.

Observa-se segmento de placa em aumento de 50x, com margens externas laterais e margem interna de segmento de elo inferiormente, apresentando micrografia regular e ausência de partículas de impureza.

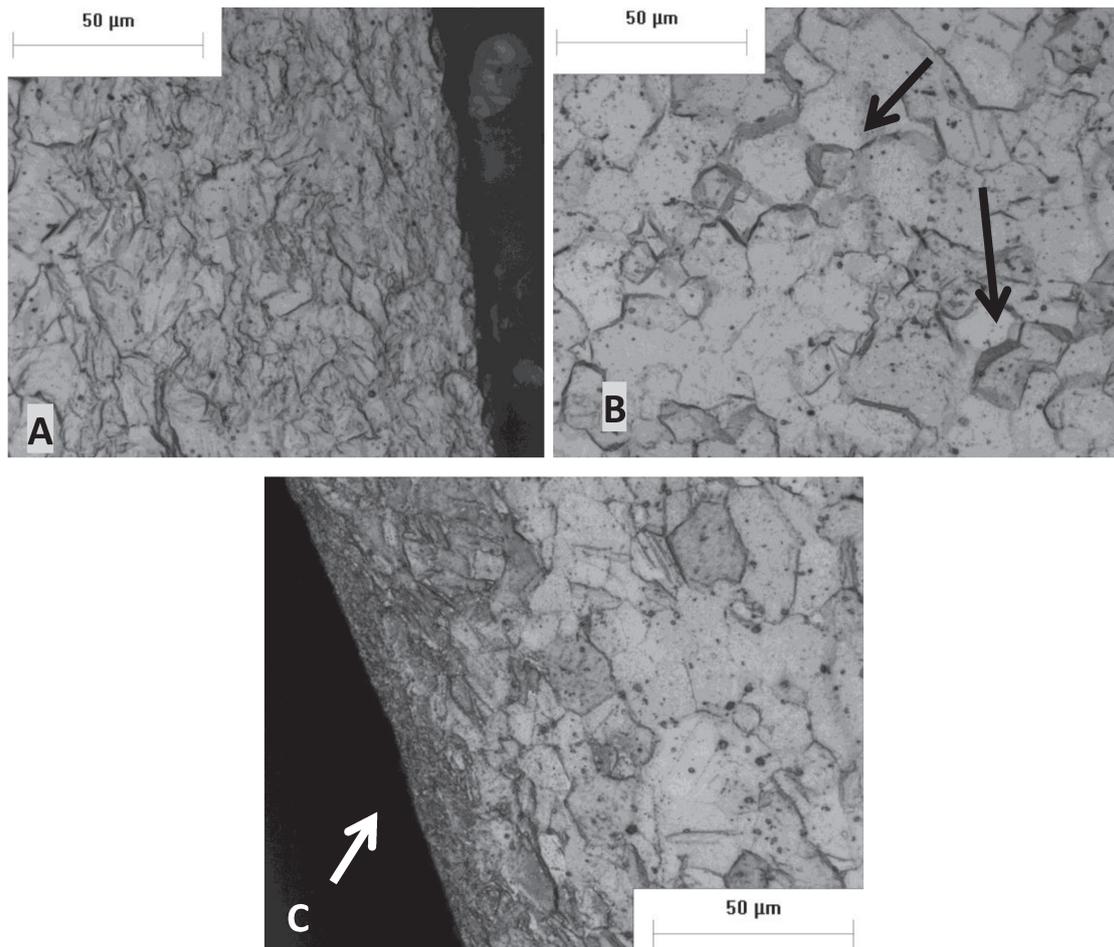


Figura 20: imagens obtidas do microscópio óptico da metalografia de placa Tóride com aumento de 1000x. A: margem externa de segmento de elo, com grãos de delimitação pouco definidas; B: região central de elo com presença de maclação (setas); C: margem interna de segmento de elo mostrando sinais de encruamento dos grãos à medida que se aproxima da extremidade interna (seta).

Nas imagens das placas em aumento de 1000x, observam-se margem externa de segmento de elo em A, região central de segmento de elo em B e margem interna de segmento de elo em C. Na imagem em B, observa-se a formação de maclas entre os grãos (setas), em diversos pontos. À medida que se aproxima das margens, a configuração microestrutural se altera. Na margem externa (A), observa-se redução do tamanho dos grãos, disposição de forma mais compacta, sem haver formação de maclas. Já na margem interna (C), ocorre alteração na disposição e na geometria dos grãos (seta), ficando impossível, em algumas regiões, a identificação do contorno dos grãos.

- Parafusos

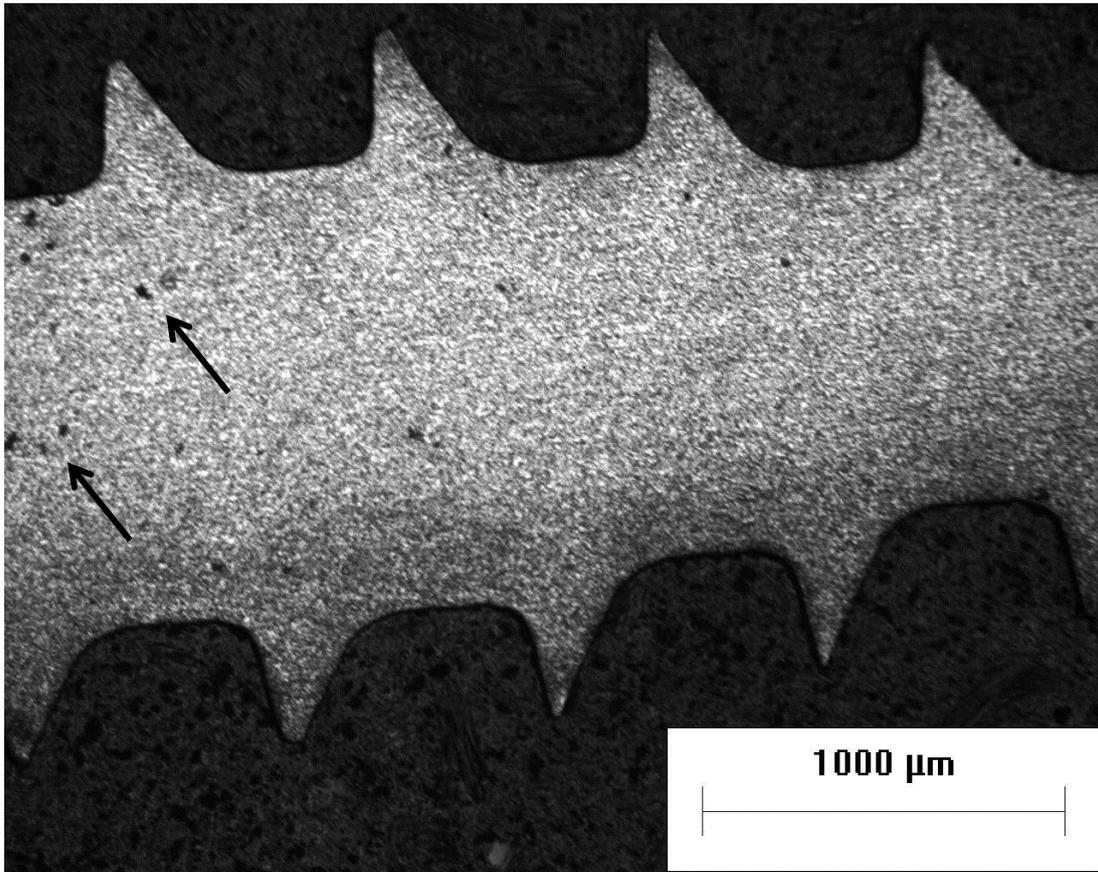


Figura 21: imagem obtida do microscópio óptico da metalografia de segmento de parafuso Tóride com aumento de 50x mostrando sinais de partículas de impureza decorrentes do processo de polimento da amostra (setas).

Observa-se segmento de parafuso em aumento de 50x, evidenciando regiões de espiras e as depressões de passo de rosca. Observa-se micrografia regular em toda a secção analisada e presença de partículas de impureza decorrentes do processo de polimento, não fazendo parte da composição da microestrutura do material (setas).

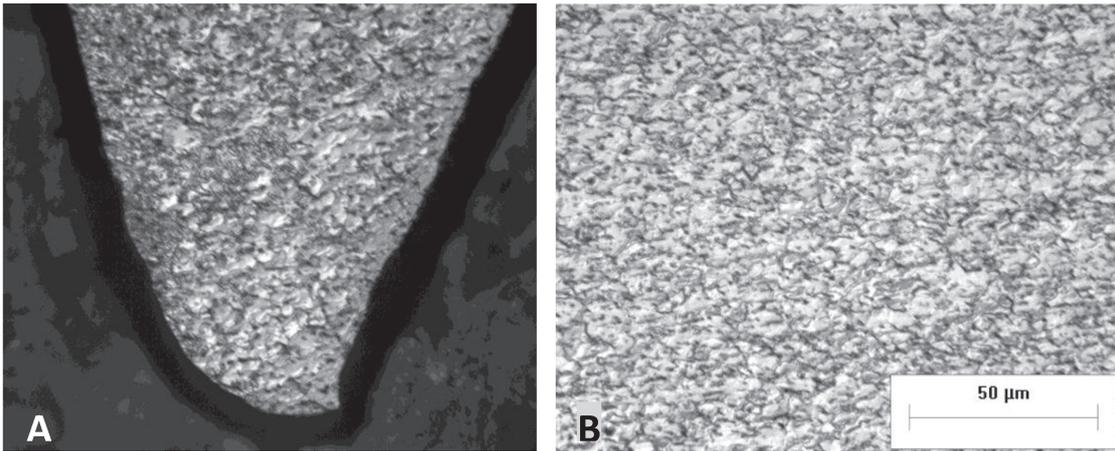


Figura 22: imagens obtidas do microscópio óptico da metalografia de parafuso Tóride com aumento de 1000x. Região final de espira (A) e região central de segmento de parafuso (B) apresentando micrografia de estrutura regular.

Nas imagens dos parafusos em maior aumento (1000x), observam-se região final de espiras à esquerda e região central de segmento de parafuso à direita. As imagens mostram uma uniformidade dos grãos na microestrutura dos parafusos. Os grãos apresentam-se com geometria e disposição regulares, ausência de partículas de impurezas, e margens com acabamento sem ocorrer maclas nem alteração da morfologia dos grãos.

c. Grupo III: Engimplan

- Placas

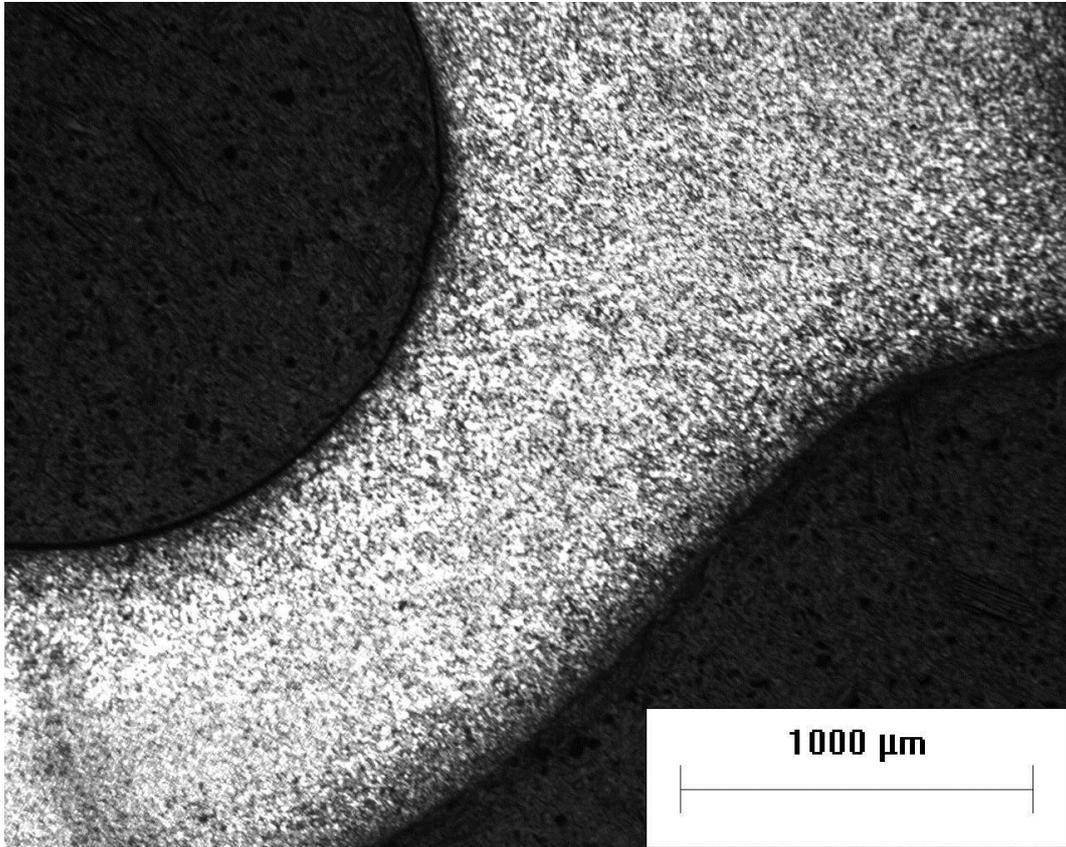


Figura 23: imagem obtida do microscópio óptico da metalografia de placa Engimplan com aumento de 50x mostrando margem externa inferiormente e interna de segmento de elo superiormente.

Observa-se segmento de placa em aumento de 50x, com margens externa inferiormente e margem interna de segmento de elo superiormente. Observa-se micrografia uniforme, com disposição dos grãos de forma homogênea e ausência de partículas de impureza.

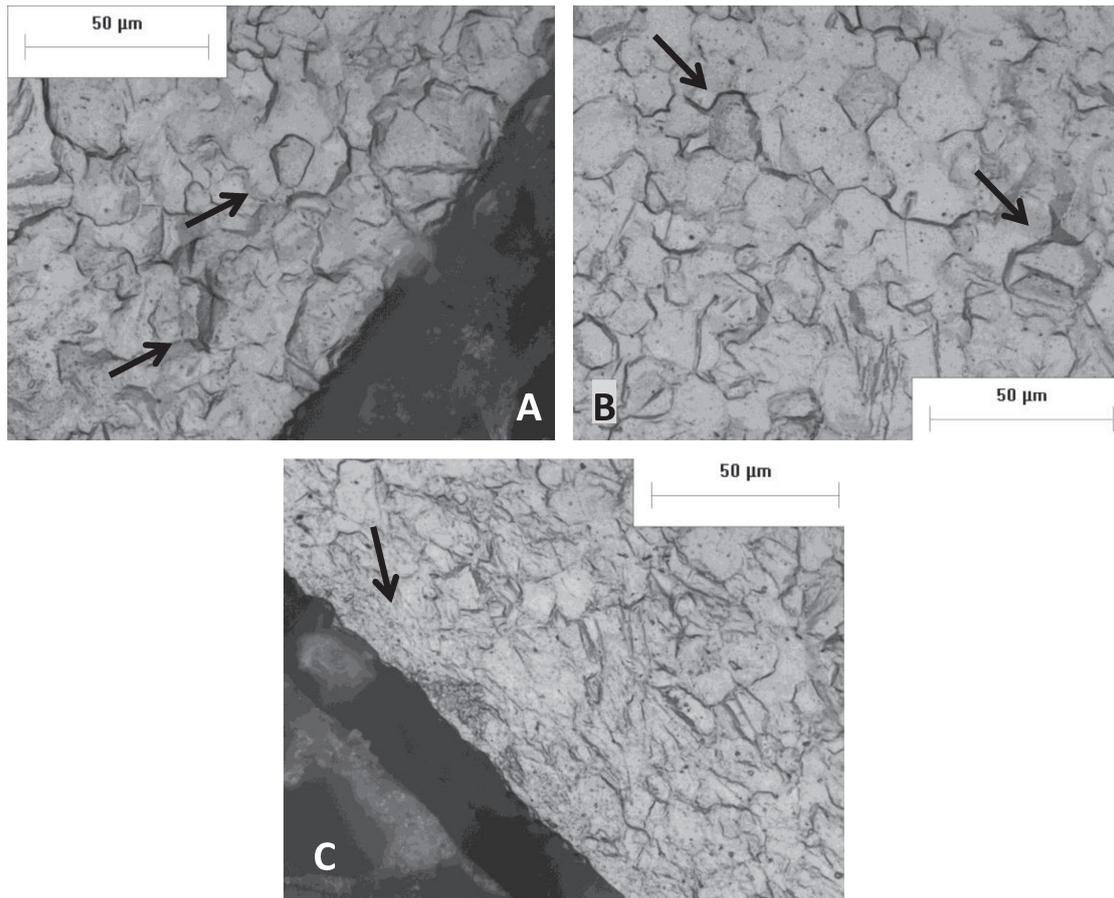


Figura 24: imagens obtidas do microscópio óptico da metalografia de placa Engiplan com aumento de 1000x. A: margem externa de segmento de elo, com sinais de maclagem (setas); B: imagem de região central de segmento de elo apresentando sinais de maclagem C: margem interna de segmento de elo mostrando sinais de encruamento dos grãos à medida que se aproxima da extremidade interna (seta).

Nas imagens das placas em aumento de 1000x, observam-se margem externa de segmento de elo em “A”, região central de segmento de elo em “B” e margem interna de segmento de elo em “C”. As regiões de margem externa e central de placa mostram micrografia semelhante, com grãos de tamanhos uniformes, ocorrência de maclas e sem alteração na disposição ou geometria. À medida que se aproxima da margem interna do elo de placa (C), observa-se alteração na disposição e geometria dos grãos, ficando impossível a identificação dos limites dos grãos em algumas regiões (seta).

- Parafusos

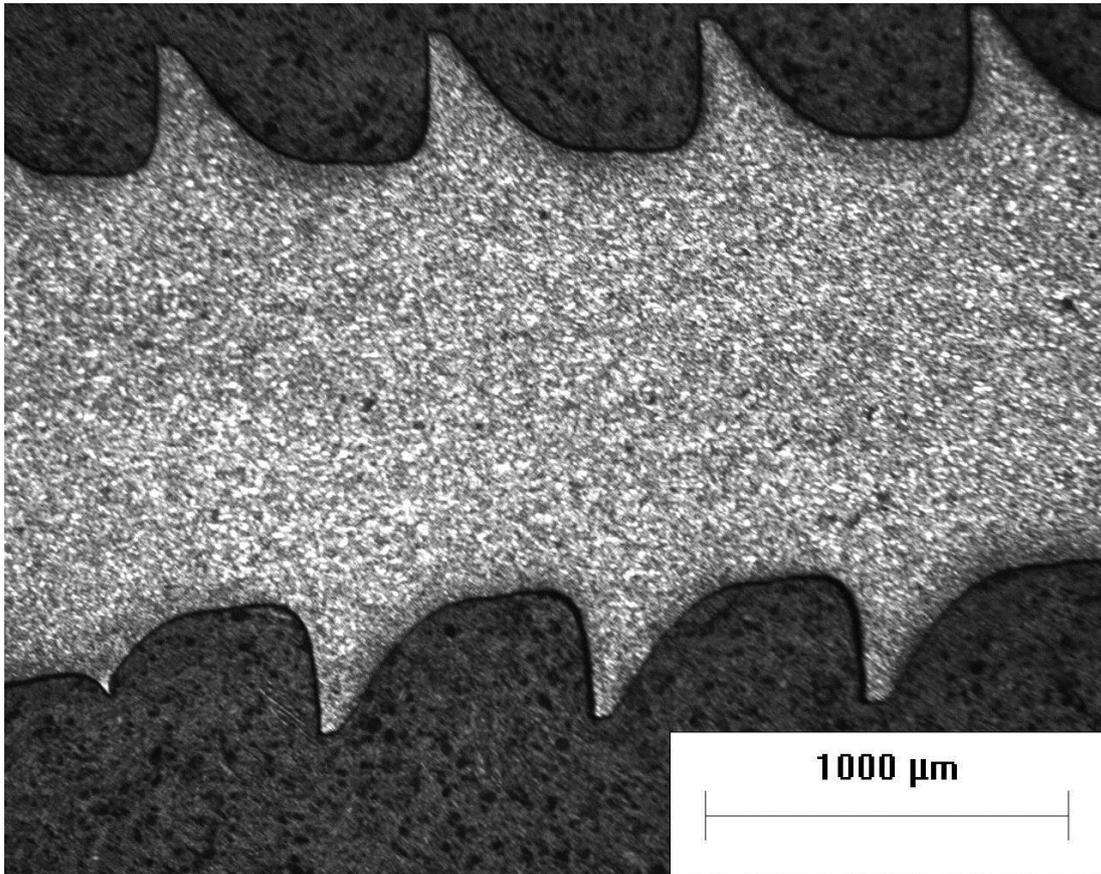


Figura 25: imagem obtida do microscópio óptico da metalografia de segmento de parafuso Engimplan com aumento de 50x mostrando microestrutura regular e ausência de partículas de impureza.

Observa-se segmento de parafuso em aumento de 50x, evidenciando regiões de espiras e as depressões de passo de rosca. Observa-se micrografia de estrutura uniforme e ausência de partículas de impurezas.

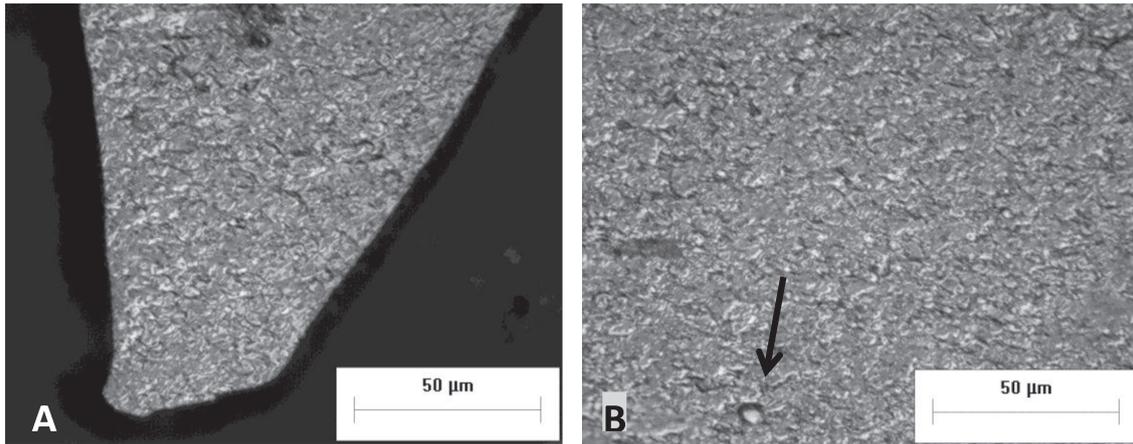


Figura 26: imagens obtidas do microscópio óptico da metalografia de parafuso Engimplan com aumento de 1000x. Região final de espira (A) e região central de segmento de parafuso (B) apresentando micrografia de estrutura regular e presença de partícula de impureza.

Nas imagens dos parafusos em maior aumento (1000x), observam-se região final de espiras à esquerda e região central de segmento de parafuso à direita. Observa-se micrografia com estrutura regular, grãos com disposição e geometria regular, mantendo a uniformidade por toda a secção analisada. Na região central (imagem à direita) observa-se presença de única partícula de impureza, sem importância significativa nas propriedades mecânicas da amostra.

d. Grupo IV: Medartis

- Placas

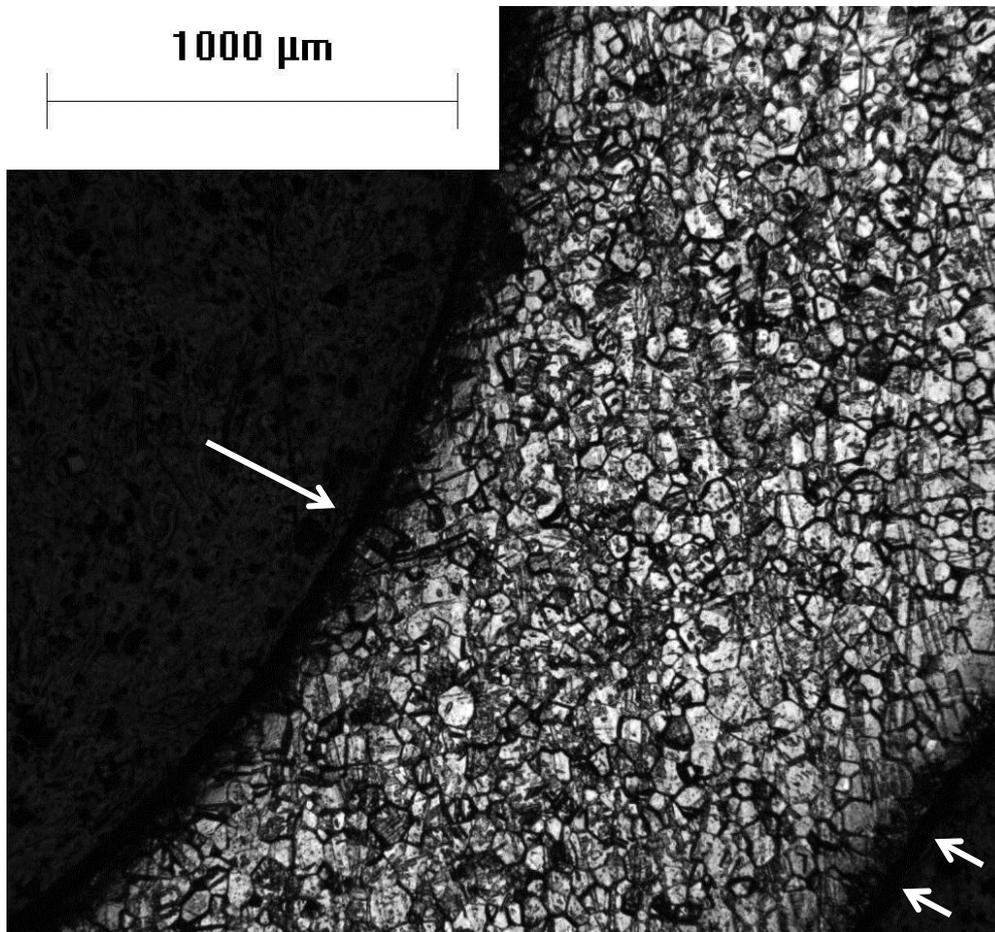


Figura 27: imagem obtida do microscópio óptico da metalografia de placa Medartis com aumento de 50x mostrando margem interna superiormente (seta única) e margem externa inferiormente (seta dupla).

Observa-se segmento de placa em aumento de 50x, com margens externa à direita (seta dupla) e margem interna de segmento de elo à esquerda (seta única). Nesse último grupo, observa-se geometria dos grãos com mais evidência, mesmo em menor aumento, devido à maior dimensão dos grãos em toda a extensão da placa.

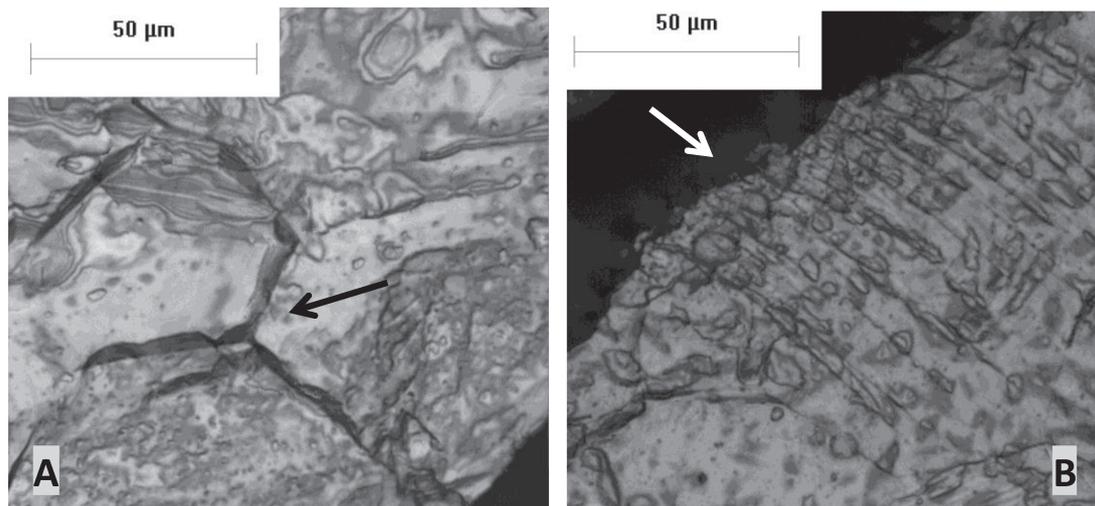


Figura 28: imagens obtidas do microscópio óptico da metalografia de placa Medartis com aumento de 1000x. A: margem externa de segmento de elo, com sinais de maclagem (seta) e apresentando grãos com dimensões maiores que os dos grupos anteriores; B: margem interna de segmento de elo mostrando ranhuras como sinais do processo de usinagem (seta).

Nas imagens das placas em aumento de 1000x, observam-se margem externa de segmento de elo em “A” e margem interna de segmento de elo em “B”. Observam-se grãos com geometria constante, mas com dimensões significativamente maiores e presença de zonas de maclação (seta em “A”). Na margem interna (B), observa-se alteração na disposição e configuração dos grãos, ausência da definição dos limites dos grãos em algumas regiões (seta) e indícios do processo de usinagem e corte da placa, através da formação de estrias com disposição paralela e orientação para o interior do elo (seta).

- Parafusos

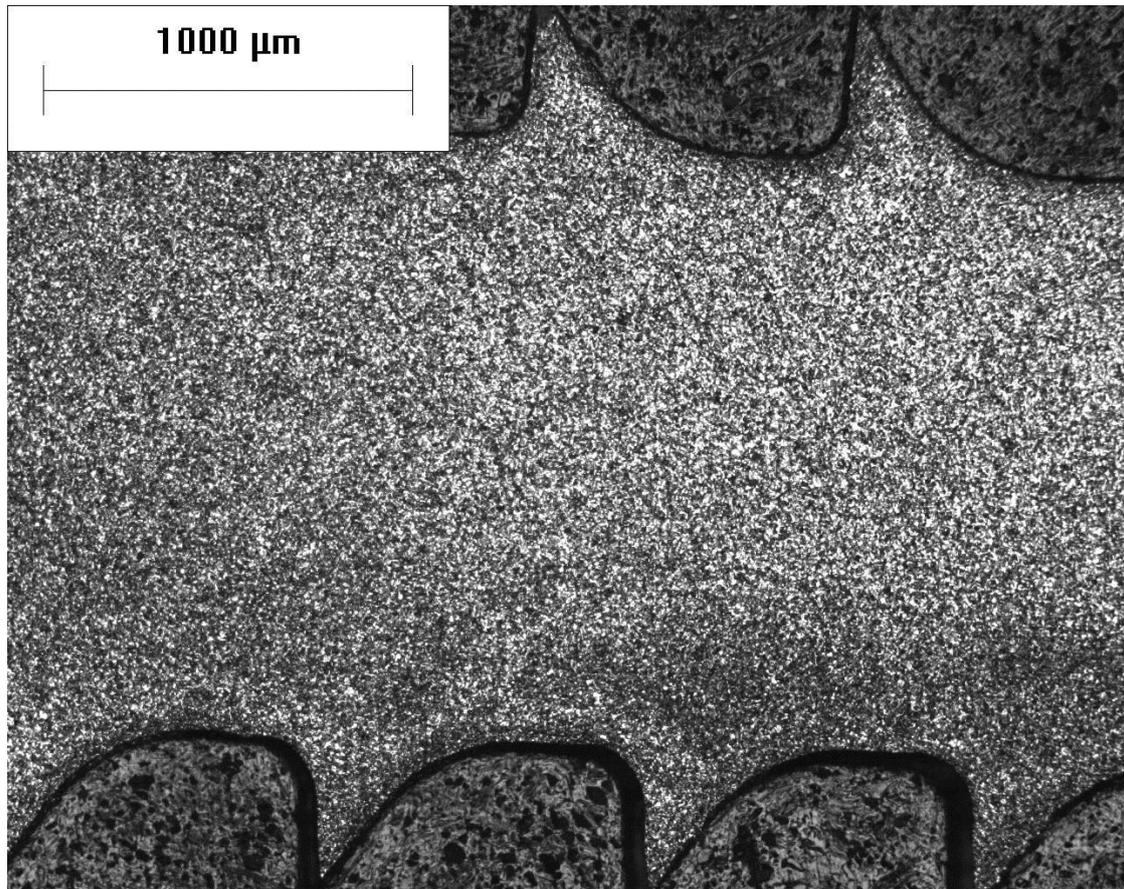


Figura 29: imagem obtida do microscópio óptico da metalografia de segmento de parafuso Medartis com aumento de 50x mostrando microestrutura regular e ausência de partículas de impureza

Observa-se segmento de parafuso em aumento de 50x, evidenciando regiões de espiras e as depressões de passo de rosca. Observa-se micrografia com estrutura regular, mantendo uniformidade por toda a secção transversal analisada, e ausência de partícula de impureza.

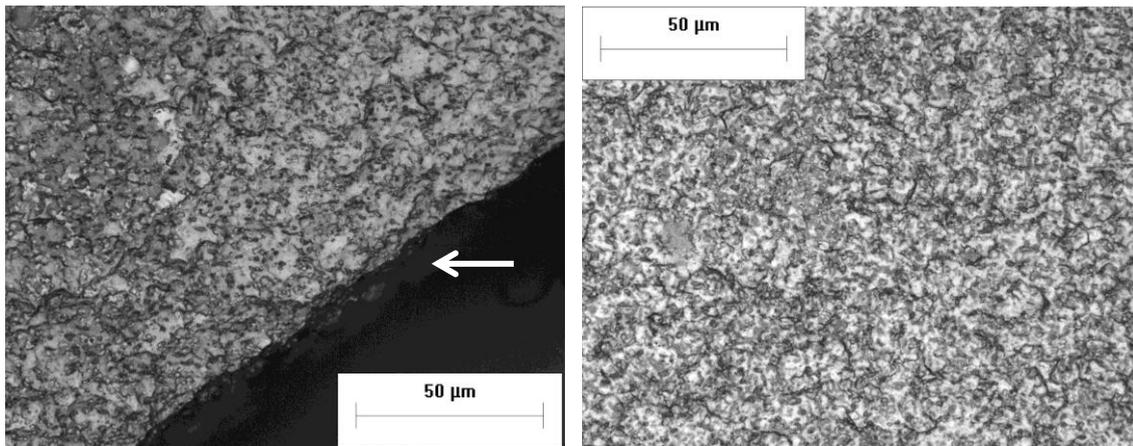


Figura 30: imagens obtidas do microscópio óptico da metalografia de parafuso Medartis com aumento de 1000x. A: extremidade de espira do parafuso com grãos em disposição regular ao longo de toda a extensão da amostra; B: Região central de segmento de parafuso apresentando micrografia de estrutura regular e ausência de partícula de impureza.

Nas imagens dos parafusos em maior aumento (1000x), observam-se região lateral de final de espira à esquerda e região central de segmento de parafuso à direita. Observa-se micrografia regular, grãos de geometria regular e dispostos uniformemente, sem alteração na sua configuração nas proximidades da margem dos parafusos (seta).

b. Dureza Vickers

Após realização do teste de dureza Vickers, foram obtidas imagens das identações para cálculo da dureza de cada material. Abaixo, segue imagem de identificação feita pelo penetrador Vickers, com formato piramidal e base quadrada.

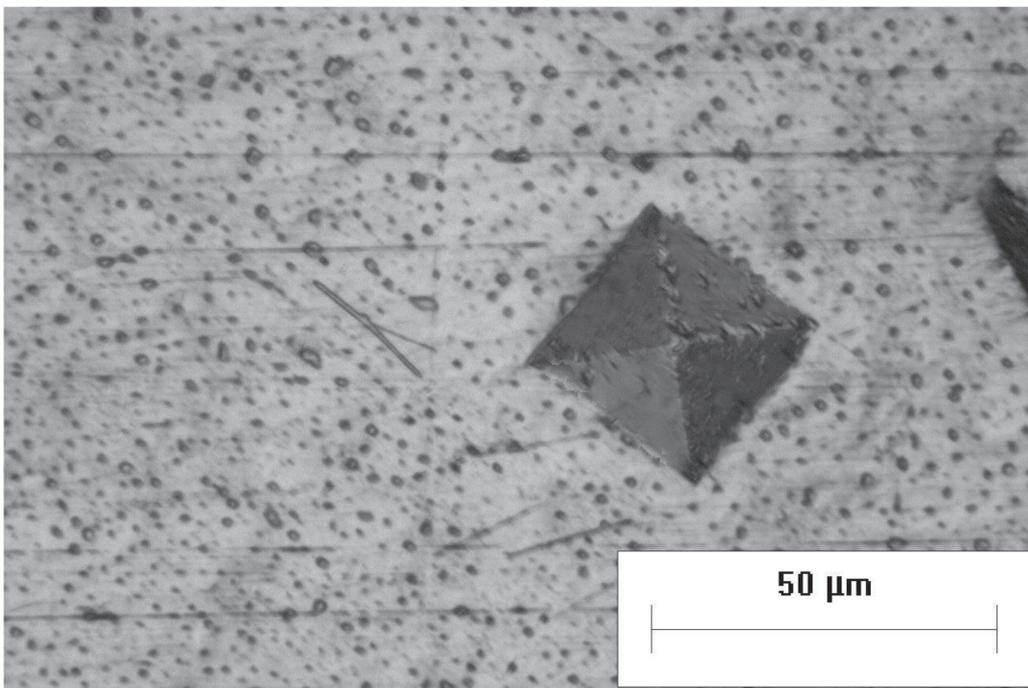


Figura 31: Marcação da indentação em forma de pirâmide realizada na superfície do corpo de prova.

Através da medida da força empregada na indentação (200kgf) e da tomada das medidas das dimensões “dessa pirâmide”, é possível calcular a área marcada, através da fórmula

$$HV = \frac{F}{A} = \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} \approx 1,8544 \frac{F}{d^2}, \text{ obtendo o valor da dureza}$$

Vickers.

- Dureza Vickers: Placas

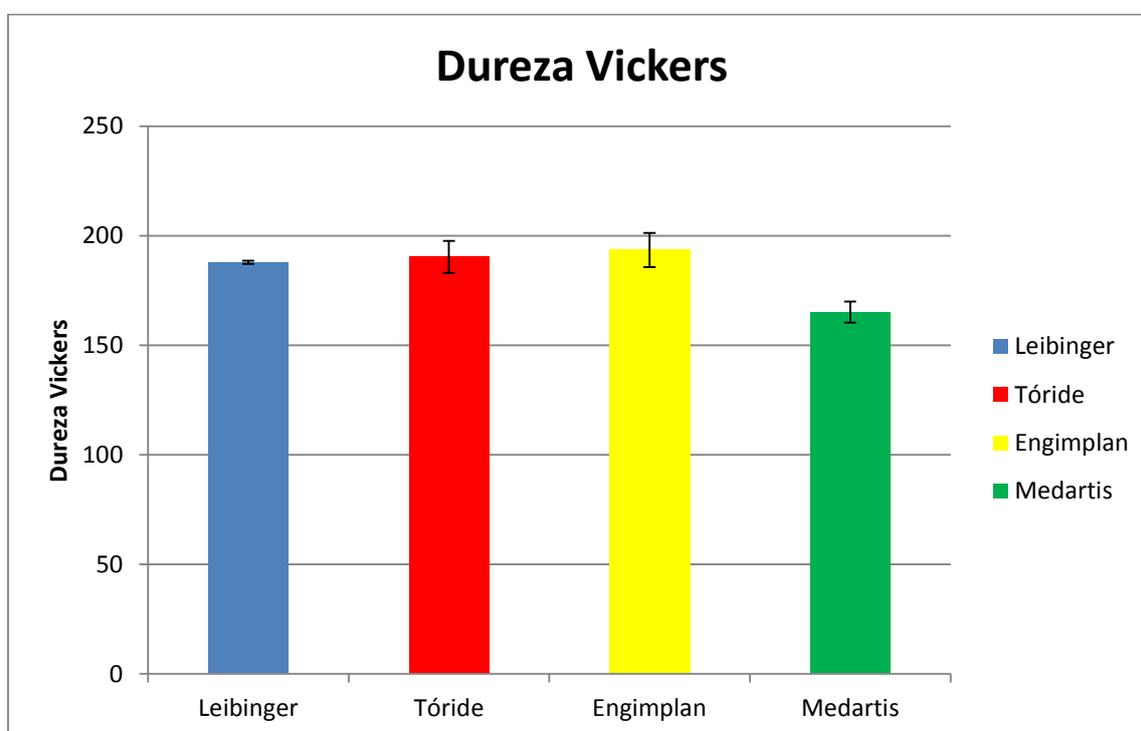
A análise de variância um fator mostrou que houve diferença entre a dureza das placas ($p=0,001$). O teste de Tukey (Tabela 2) mostrou que as placas Leibinger, Tóride e Engimplan apresentaram dureza Vicker significativamente maior que a placa Medartis ($p<0,05$).

Tabela 2: Médias (desvio-padrão) da dureza das placas para fixação.

Placa	Dureza Vicker
Leibinger	187,9 (0,7) a
Tóride	190,3 (7,4) a
Engimplan	193,5 (7,8) a
Medartis	165,2 (4,8) b

Letras distintas em coluna representam diferença significativa ($p<0,05$).

Gráfico 1: Representação da dureza Vickers das placas e variação em cada grupo.



- Dureza Vickers: Parafusos

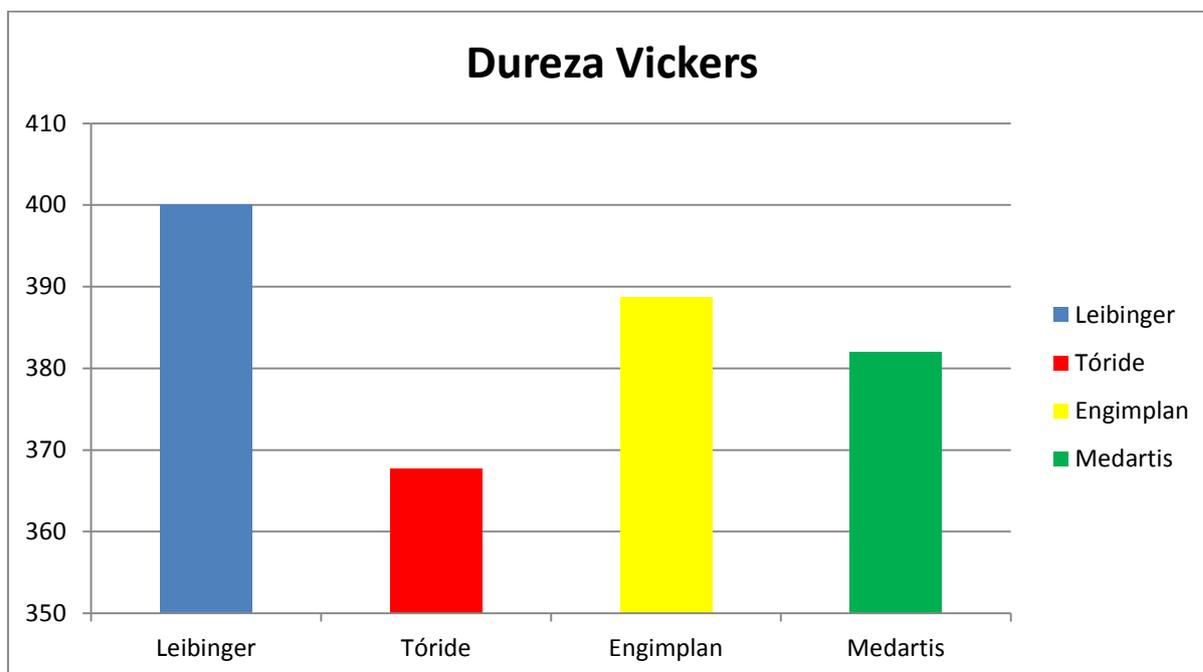
A análise de variância um fator mostrou que não houve diferença entre a dureza dos parafusos ($p=0,388$). Os resultados de dureza Vickers dos parafusos podem ser vistos na Tabela 2.

Tabela 3. Médias (desvio-padrão) da dureza dos parafusos para fixação.

Parafuso	Dureza Vicker
Leibinger	400,0 (24,2) a
Tóride	367,7 (3,5) a
Engimplan	388,7 (28,5) a
Medartis	382,0 (22,3) a

Letras distintas em coluna representam diferença significativa ($p<0,05$).

Gráfico 2: Representação da dureza Vickers dos parafusos e variação em cada grupo.



c. Composição de Oxigênio (O) e Nitrogênio (N)

A análise para determinar a porcentagem de O e N na composição dos materiais de cada grupo foi realizada com segmentos determinados e que não seriam mais utilizados, uma vez que a realização do processo causa destruição do corpo de prova.

Assim, foram obtidos os seguintes valores:

- **Grupo I (Leibinger)**
 - Placa: O₂ → 0,142% e N → 0,0118%
 - Parafuso: O₂ → 0,0993% e N → 0,0197%

- **Grupo II (Tóride)**
 - Placa: O₂ → 0,125% e N → 0,00749%
 - Parafuso: O₂ → 0,116% e N → 0,00949%

- **Grupo III (Engimplan)**
 - Placa: O₂ → 0,200% e N → 0,0123%
 - Parafuso: O₂ → 0,108% e N → 0,00512%

- **Grupo IV (Medartis)**
 - Placa: → 0,142% e N → 0,00396%
 - Parafuso: O₂ → 0,130% e N → 0,00210%

Tabela 4: relação entre composição de O e N e teste de dureza Vickers

Amostra	Placa			Parafuso		
	Oxigênio (%)	Nitrogênio (%)	Dureza Vickers (desvio padrão)	Oxigênio (%)	Nitrogênio (%)	Dureza Vickers (desvio padrão)
Grupo I	0,142	0,012	187,9 (0,7)	0,099	0,020	400,0 (24,2)
Grupo II	0,125	0,007	190,3 (7,4)	0,116	0,009	367,7 (3,5)
Grupo III	0,200	0,012	193,5 (7,8)	0,108	0,005	388,7 (28,5)
Grupo IV	0,142	0,004	165,2 (4,8)	0,130	0,002	382,0 (22,3)

Grupo I: Leibinger; Grupo II: Tóride; Grupo III: Engimplan; Grupo IV: Medartis

6. Discussão

Uma variedade de ligas de titânio está disponível atualmente para uso nas diversas áreas da indústria, desde a indústria aeroespacial até a área médica, incluindo seu uso na odontologia, no tratamento de fraturas e osteotomias programadas no esqueleto craniofacial. Em 1986, Ray afirmou que para assegurar um tratamento bem sucedido, um dos requisitos refere-se à qualidade do material empregado. Este deve ser resistente à corrosão pelos fluidos corporais, não tóxicos e ter boa resistência às forças de tração, suportando cargas fisiológicas. Estes materiais variam em aparência, espessura, formato e tamanho, tendo sua produção de acordo com as normas da *American Society for Testing and Materials* (ASTM), segundo especificações dos fabricantes.

Embora os fabricantes tenham cuidado em divulgar os constituintes das ligas utilizadas, pouca informação é fornecida acerca das condições microestruturais e térmicas às quais essas ligas são submetidas durante o processo de produção. Esses são aspectos importantes e que devem ser levados em consideração quando se busca uma justificativa para falha dos sistemas de fixação (Ray, 1986).

Na pesquisa atual, os resultados das análises metalográficas obtidas indicam que as placas dos grupos I, II e III apresentaram estrutura cristalina monofásica uniforme de Ti- α (de acordo com as informações do fabricante e com as imagens da microestrutura) com grãos equiaxiais com tamanho médio de 30 μm . Já a placa do fabricante Medartis® (grupo IV), apresentou tamanho de grão médio de 60 μm . Entretanto, nas periferias das placas, tanto nas margens laterais do corpo da placa como nas margens interna e externa dos elos, observam-se certo grau de encruamento e alguns sinais de maclagem provenientes provavelmente do processo de corte, usinagem ou polimento mecânico. Porém, não foi detectado inclusão de partículas de impureza de forma a comprometer as propriedades dos materiais em nenhum dos corpos de prova.

Embora sejam projetados para uso em situações similares, os materiais das diversas marcas comerciais passam por processos distintos, dependendo do fabricante. A ocorrência de sinais de encruamento, ou alteração na disposição e configuração dos grãos principalmente na margem interna dos

elos de placas indicam o processo pelo qual passa o material durante o corte das chapas de titânio. A metalografia dos segmentos de placa indica que as margens passam por um processo de corte feito à base de calor, como corte a laser. Esse processo submete o material a altas temperaturas localizadas, causando a fusão dos grãos da região.

Além disso, a usinagem à qual é submetida a chapa e o material final – a placa – pode causar alteração microestrutural nas proximidades da zona de corte. Segundo Bresciani Filho *et al* (2011) e Leyens *et al* (2003), os defeitos superficiais podem ser defeitos bidimensionais ou interfaciais que compreendem regiões do material com diferentes estruturas cristalinas e/ou diferentes orientações cristalográficas. Um indício desse processo é a formação de maclas, que ocorrem principalmente em baixas temperaturas e altas velocidades de deformação. As maclas são resultantes de deslocamentos atômicos produzidos por tensões de cisalhamento (maclas de deformação) ou durante tratamento térmico (maclas de recozimento). A formação de maclas (maclação) ocorre em planos cristalográficos definidos e direções cristalográficas específicas, que são dependentes da estrutura cristalina, na qual uma parte do cristal se inclina em relação à outra, provocando a formação do plano de maclação. Uma vez que a ocorrência de maclas significa que o material foi submetido a forças extremas de tensão e cisalhamento, sua localização pode representar um ponto de fragilidade no material, deixando-o mais susceptível a trincas/fraturas quando submetido a cargas de tensão ou cíclicas.

Assim, em relação à conformação plástica do titânio e suas ligas, é desejável que a mesma seja realizada o mais próximo da temperatura ambiente devido ao alto grau de difusão atômica dos elementos intersticiais em altas temperaturas. Uma alternativa de contornar esses problemas causados pela ocorrência de maclação seria o uso de jato de água para realizar o corte das chapas. Este processo não submete o material a altas temperaturas e não causa força de cisalhamento, minimizando o surgimento de zonas de fragilização no material.

A disposição e a relação dos grãos entre si de um determinado material é um fator que influencia diretamente a resistência à deformação ou dureza de um metal. Leyens *et al.* (2003) afirmaram que, quanto mais compacto for o

material - quanto menor for o tamanho dos grãos e quanto mais comprimidos eles estiverem - espera-se que este seja mais resistente à deformação plástica ou permanente. Neste estudo, encontramos grãos com duas dimensões diferentes entre os grupos, com os grupos I, II e III apresentando grãos de dimensões que correspondem à metade dos encontrados no grupo IV. Em relação às propriedades mecânicas, observa-se, através da dureza Vickers, que as placas dos fabricantes Leibinger (grupo I), Tóride (grupo II) e Engimplan (grupo III) apresentaram dureza maior quando comparadas à do fabricante Medartis (grupo IV), $p < 0,05$ (Tabela 2, Gráfico 1). Quanto à avaliação das propriedades mecânicas dos parafusos, observa-se, que os parafusos de todas as marcas apresentaram dureza Vickers similar e maior do que o valor encontrado para as placas (Tabela 2 e 3, Gráfico 2). Tal comportamento deve-se principalmente ao tamanho de grão menor apresentado nos modelos com maior dureza. Sabe-se que a redução do tamanho de grão diminui a mobilidade das discordâncias, dificultando a deformação plástica e, conseqüentemente, aumentando a resistência mecânica e a dureza. No entanto, não se pode afirmar que há alteração ou prejuízo ao desempenho do material.

Apesar de apresentar maior maleabilidade, devido ao maior tamanho dos grãos, as placas do grupo IV apresentam resistência mecânica suficiente para aplicação no complexo crânio-maxilo-facial. Iamashita *et al.* (2012) avaliou por meio de estudo biomecânico, três técnicas diferentes de fixação interna usadas em osteotomia sagital do ramo mandibular (OSRM), utilizando o mesmo sistema Medartis®. Segundo ele, comparando a fixação da OSRM com placas e parafusos monocorticais e apenas parafusos bicorticais, ambos os grupos com sistema 2.0, as placas apresentaram um índice menor de resistência a cargas compressivas quando comparadas ao sistema de fixação apenas por parafusos bicorticais, justificando sua maior flexibilidade. No entanto, apesar da maior resistência dos parafusos bicorticais na fixação das OSRM, conforme demonstrado neste trabalho e em vários estudos na literatura, a utilização de placas é aceitável do ponto de vista mecânico; uma vez que suportam as cargas mastigatórias que se encontram moderadamente reduzidas nas primeiras semanas pós-operatórias, em função da limitação ocasionada principalmente pelo edema e hematoma envolvendo os músculos da mastigação.

Stoelinga & Borstlap, (2003) defendem a fixação de osteotomias com placas devido à versatilidade técnica, sugerindo a possibilidade de otimização do resultado com uso de elásticos que promovem ligeira movimentação na área de OSRM, o que permite uma melhor acomodação oclusal. Esse ajuste somente é possível em função da flexibilidade das placas, o que não ocorre quando da utilização dos parafusos bicorticais.

A busca por um material que apresente maior resistência à deformação plástica, ou seja, maior dureza, varia bastante com o local a ser fixado. Regiões onde a tensão ou tendência ao deslocamento são grandes, devido à ação muscular, requerem redução e fixação com sistemas mais resistentes. Assim, regiões como o crânio e terço médio de face, de forma geral, representam regiões nas quais não há ação muscular efetiva, que proporcione tendência ao deslocamento, sendo possível a aplicação de sistemas mais flexíveis e menos resistentes. Por outro lado, regiões onde atuam forças que tendem ao deslocamento em diversas direções, como forças de tensão, compressão e de torção, como ocorre na mandíbula, têm um resultado mais estável quando reduzidas e fixadas com sistemas que resistam mais ao deslocamento, como sistemas 2.0 ou superior.

Assim, a propriedade da dureza, ou seja, a facilidade que um material apresenta à deformação ou adaptação, deve ser proporcional à tendência ao deslocamento dos segmentos ósseos a que se propõe fixar.

Atualmente, a legislação brasileira estabelece critérios que normatizam os dispositivos (placas e parafusos) usados no esqueleto craniofacial. A Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), através da norma ABNT NBR 15628-2, que estabelece requisitos químicos, metalúrgicos e mecânicos para fundidos de liga titânio 6-alumínio 4-vanádio (Ti6Al4V), e através da norma ABNT NBR 15628-4, que estabelece requisitos para forjados de ligas de titânio constituídas de fases alfa e beta para a fabricação de implantes ortopédicos, é o órgão brasileiro que regula a produção e comercialização dos materiais de fixação utilizados em procedimentos buco-maxilo-faciais. No entanto, não é raro encontrar componentes destinados a funções semelhantes, mas produzidos por diferentes fabricantes e com diversas especificações, como ocorreu com o grupo III (Engimplan), o qual não nos forneceu nenhuma especificação sobre a amostra cedida para análise.

A impossibilidade de identificação de determinado material empregado na fixação óssea representa um problema de saúde pública. Ao submeter o paciente a qualquer procedimento cirúrgico, seja ele eletivo ou de urgência, com emprego de fixação interna de implantes, o cirurgião torna-se co-responsável pelos efeitos que esse implante pode causar ao paciente. Sabemos que o processo de cura não pode trazer mais prejuízos ao paciente do que os próprios causados pela doença tratada; porém, reações de corpo estranho, inflamação, infecção e até mesmo reações de hipersensibilidade são passíveis de ocorrer. Essa situação leva a um tratamento mais prolongado do paciente, sendo de extrema importância a possibilidade de rastreabilidade da matéria prima do implante, de forma a se certificar da importância da qualidade do material empregado.

Sob uma visão microestrutural, um sistema de fixação deveria ser projetado para suportar cargas de tensão e tração e minimizar a ductilidade. Além disso, deve ser homogêneo, não apresentando inclusão de fases diferentes, o que poderia reduzir a resistência à corrosão, induzindo à fragilidade do material (Ray, 1986).

No entanto, a simples diferença de tamanho dos grãos entre os grupos não pode certificar alteração de qualidade ou deficiência no desempenho do material. Outros elementos podem estar envolvidos no sucesso ou falha dos sistemas de fixação. Testes adicionais trariam mais informações para uma completa caracterização, como avaliação clínica, análise da textura e rugosidade, teste da tensão residual e análise da composição química de placas e parafusos através de fluorescência de raios X.

Segundo Fazel-Rezai (2011), uma fase é definida como uma porção homogênea em um material que possui suas próprias características físicas e químicas e suas propriedades. Todo metal puro é considerado como uma fase. Uma liga de metal com partículas dispersas como uma segunda fase é um dos métodos mais importantes de reforço das ligas, melhorando suas propriedades. As partículas da segunda fase representam um obstáculo ao movimento de deslocamento dos grãos, aumentando assim a resistência geral à tração e dureza da liga.

Fazel-Rezai (2011) acredita que além das etapas seguidas na produção do material, a própria matéria prima deveria ser melhor investigada, no que se

refere à sua produção. De acordo com o autor, quando metais fundidos são resfriados ao estado sólido, ocorre um rearranjo atômico em uma estrutura cristalina. Existem três estruturas cristalinas básicas para a maioria dos metais: cúbica de corpo centrado, face cúbica centrada e hexagonal compacta. Cada estrutura tem propriedades distintas e mostra comportamentos distintos, quando submetidos à aplicação de cargas. Sob efeito de carga externa, um cristal sofre deformação elástica. Entretanto, quando esta força excede o limite elástico do material, o cristal sofre deformação plástica ou permanente, não retornando a sua forma original, mesmo após a remoção da carga aplicada.

Além da geometria dos grãos, suas dimensões podem trazer mais consequências. Osteólise precoce, secundária à liberação de resíduos metálicos, é apontada como sendo decorrente do tamanho da partícula. Partículas metálicas medidas em escalas menores que o micrometro podem ser facilmente englobadas pelos histiócitos, iniciando assim a cascata, com liberação de citocinas pela ativação dos osteoclastos (Keel *et al.*, 2004; Urban *et al.*, 1994).

O tamanho dos grãos afeta ainda a dureza do material, uma vez que grãos menores podem se alocar de forma mais compacta, conferindo maior resistência à tração ao produto. A dureza de um material é um termo que geralmente implica em resistência à deformação. Para os metais, esta propriedade é a medida da sua resistência à deformação plástica ou permanente (Hardness Testing, 2012).

Imperfeições geralmente existem em metais e incluem átomos intersticiais, impurezas, deslocamentos, dimensão dos grãos e porosidade. Dimensões alteradas do tamanho do grão são de grande preocupação para as propriedades do metal, pois suas propriedades mecânicas são influenciadas significativamente pelo tamanho dos seus grãos. Em temperatura ambiente, metais com grãos de grandes dimensões geralmente têm baixa resistência à compressão e também tem baixa ductibilidade. Fazel-Rezai (2011) defende que, uma vez que os limites dos grãos podem mascarar os movimentos de deslocamento, eles também influenciam o processo de encruamento a aumentar a resistência à tração e a ductibilidade dos metais.

Essas imperfeições e impurezas tornam o material mais susceptível à falha quando submetidos a cargas fisiológicas. Durante ação de forças em

função mastigatória, após instalação de placas e parafusos, a maioria dos implantes é exposta a cargas cíclicas dentro do corpo humano, o que leva à possibilidade de fratura por fadiga. Um dos fatores que influenciam na fadiga do material é sua organização microestrutural. A liga Ti6Al4V, por exemplo, com estrutura equiaxial tem sua propriedade de resistência à fadiga melhorada, quando comparado à estrutura alongada (Akahori *et al.*, 1998).

Martola *et al.* (2006), por meio de estudo em mandíbula de ovelhas, buscaram identificar razões para fratura de placas de reconstrução mandibular, quando usadas para reconstrução de defeitos mandibulares. A análise metalográfica das placas de reconstrução, após 8 semanas em função, mostrou fratura em 6 das 16 placas avaliadas. Em 4 das 10 placas aparentemente íntegras, sem fraturas, observaram-se sinais de início de fratura. As rachaduras iniciavam-se sempre na curvatura interna da placa e mais nas proximidades dos elos – pontos de concentração de tensão. Submetidas à avaliação metalográfica, a região da placa na qual a rachadura localizava-se – curvatura interna – não revelou nenhum defeito microestrutural que justificasse o início da fratura. Isso indica que a concentração de tensão é o principal mecanismo que leva à fratura dessas placas. Foi detectada, ainda, presença de partícula de impureza, contendo altas concentrações de cálcio e fósforo. Essas partículas não foram encontradas nas superfícies da fratura, mas nas suas proximidades e não foram consideradas como desencadeadoras da fratura, mas elas podem exercer um efeito de propagação.

De acordo com a literatura, a composição química das fases presentes dentro da estrutura é um importante fator, uma vez que influenciam o potencial de reagir com partículas, propiciando uma linha de fragilização (Woodford, 2006; e Hayes, 2008).

As partículas de impurezas podem penetrar na microestrutura das ligas, mesmo após sua completa produção. O processo de aquecimento-resfriamento e reaquecimento dessas ligas é o principal mecanismo de introdução do oxigênio, alterando suas propriedades mecânicas. Ligas de titânio são usadas amplamente como materiais estruturais em diferentes campos da indústria, mas seu uso em temperaturas acima de 500 °C é limitado devido à oxidação/corrosão e à fragilização pelo oxigênio e ou nitrogênio do ambiente.

Esta fragilização pode levar à fratura prematura dos componentes à base de titânio (Karl-Winnacker-Institut, 2011).

Leyens *et al.* (2003) afirmaram que a degradação, pelos gases da atmosfera, da capacidade de carga mecânica das ligas de titânio em altas temperaturas é o resultado primário da oxidação ou fragilização superficial pela dissolução intersticial da atmosfera. Oxidação e fragilização proporcionada pelos gases do meio externo podem tornar-se limitantes para muitas ligas de titânio, principalmente sob temperaturas altas, na qual as propriedades mecânicas ainda atendem aos requisitos específicos dos componentes. A principal fonte de fragilidade da zona superficial, depois de cargas cíclicas atuarem por longo tempo, é determinada pela penetração de oxigênio e nitrogênio, os quais podem se dissolver intersticialmente ou pela fragilidade das fases. Entretanto, o mecanismo de fragilização dinâmica no qual a zona à frente de uma trinca mais profunda é fragilizada internamente em um curto período de tempo parece ser resultado da penetração do hidrogênio para o interior dos planos de escorregamento das fases do titânio. Nesse caso, o hidrogênio é liberado pelo processo de dissociação da umidade no ambiente perto das camadas metálicas ativas formadas recentemente (TABELA 4).

A solubilidade do oxigênio nas ligas de titânio pode ir acima de 25%, deteriorando as propriedades mecânicas dos materiais. Um aumento no conteúdo de alumínio limita a difusão de oxigênio para dentro da liga, uma vez que o Al_2O_3 é formado como uma barreira. Em altas concentrações de alumínio, a camada protetora de Al_2O_3 é transformada em TiAl_3 , durante oxidação em altas temperaturas, impedindo a penetração de oxigênio abaixo dessa camada.

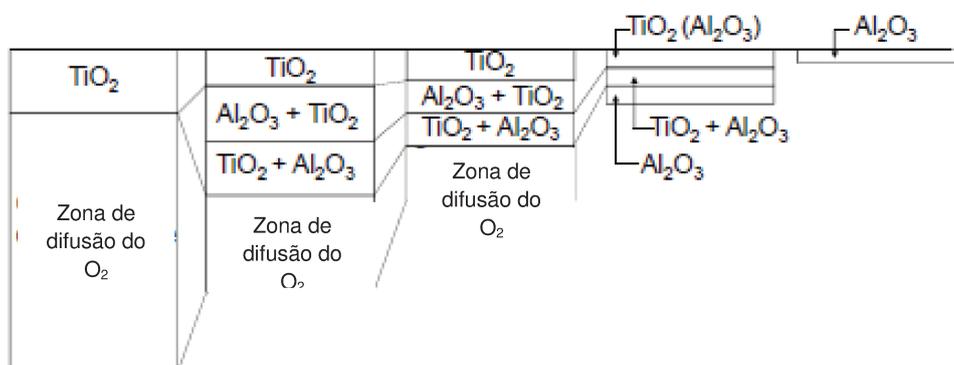


Figura 28. Esquema das camadas de difusão de óxidos e oxigênio do titânio e ligas de titânio-alumínio (Smialek *et al.*, 1985).

Para muitas aplicações do titânio, uma das considerações mais importantes é sua deterioração pela corrosão. Fazel-Rezai (2011) afirma que a corrosão de um metal depende da sua composição e dos meios corrosivos no ambiente ao redor. Metais não ferrosos, aço inoxidável e materiais não metálicos geralmente tem alta resistência à corrosão devido à presença de uma camada protetora passiva. Assim, o titânio desenvolve uma película de óxido de titânio (TiO_2), com espessura entre 3nm e 5nm, ocorrendo um fenômeno similar com o aço inoxidável devido à presença do cromo na liga, o qual forma uma camada de óxido de cromo na superfície. Se a camada protetora é quebrada, expondo o metal logo abaixo, uma nova camada de óxidos começa a ser formada para proteção (Figura 28). A adição de outras partículas afeta as propriedades mecânicas das ligas. A adição de Al e V ao titânio puro aumenta bastante a resistência à tração do material.

Além do meio no qual o implante é instalado, o processo de desgaste ou decomposição é bastante influenciado por cargas cíclicas às quais esses implantes estão sujeitos. Os tipos de decomposição ou desgaste frequentemente encontrados ocorrem por fricção, corrosão e fadiga. Desgaste por atrito geralmente ocorre nas próteses das articulações do quadril devido ao meio aquoso corrosivo (Geringera, 2005). Corrosão por atrito refere-se à corrosão em uma pequena área da superfície de contato devido a cargas repetidas e cíclicas, tendo a fricção como principal mecanismo de desgaste (Tritschler, 1999). A prevenção da corrosão poderia ser realizada pela avaliação do comportamento corrosivo, usando métodos que se assemelhem às condições às quais os implantes são expostos, quando em função. Uma vez que a tensão imposta sobre o material e o meio corrosivo têm um importante papel da deterioração do implante, dispositivos especiais que combinem estes dois fatores poderiam ser desenvolvidos, de modo a ter um melhor desempenho (Fazel-Rezai, 2011).

O mecanismo envolvido no estabelecimento de fragilização intergranular parece ser o mesmo, independente se o processo se dá de forma estática ou dinâmica. Em muitos casos, a difusão do oxigênio ao longo dos limites dos grãos e subsequente reação com outras fases secundárias (ou segunda fase) ou partículas de impurezas parece ser o mecanismo de fragilização granular (Woodford, 2006; Hayes, 2008; Huang *et al.*, 2002).

A forma de ação deletéria do oxigênio é bem descrita na literatura. Basicamente, há três correntes de explicações sobre esse mecanismo. Inicialmente, o processo se inicia com a adsorção de oxigênio na extremidade da fenda/trinca, por onde a falha se propaga átomo a átomo à medida que mais moléculas de oxigênio acumulam-se. A segunda forma de fragilização ocorre pela formação de uma camada de óxidos na superfície da trinca, fazendo com que a falha se propague pela camada de óxido ou pela interface com a superfície do material. A última corrente afirma que ocorre uma difusão do oxigênio para o interior do material, mais à frente da linha de falha principal/inicial, produzindo uma trinca independente, que eventualmente se conecta à falha inicial (Woodford, 2006; Hayes, 2008; Floreen *et al.*, 1983).

Hayes (2008) acredita que a extensão da linha de fragilização intergranular ou trinca do material parece ser influenciada pela profundidade de penetração das partículas de oxigênio, a qual varia em função da temperatura. Segundo o autor, a profundidade de penetração do oxigênio no interior da microestrutura do material, ou seja, a cinética da fragilização dos limites entre os grãos aumenta com o aumento da umidade no meio. No entanto, ele afirma que a predominância do oxigênio nesse processo pode ser alterada pela umidade, fazendo o hidrogênio agir de forma mais significativa do que o oxigênio na fragilização dos materiais.

Alguns autores afirmam que diferenças de fases ou a presença de partículas entre os limites dos grãos podem dificultar ou mesmo obstruir a difusão do oxigênio para o interior do material. Entretanto, além da composição microestrutural dos implantes, a forma e a disposição dos grãos têm influência na resposta a cargas aplicadas sobre esses materiais. Estruturas com grãos alongados paralelos à direção da carga aplicada proporcionam aumento da resistência à fragilização nos limites dos grãos. Os grãos alongados promovem distâncias aumentadas entre as faces transgranulares, o que é necessário para ligar as linhas de falhas intergranular em vários níveis dentro do material (Hayes, 2008).

A vivência clínica nos fornece dados importantes sobre cada material de fixação. Durante o procedimento cirúrgico de instalação dos parafusos e placas de fixação, o cirurgião percebe diferenças sutis entre sistemas de marcas comerciais diferentes, como encaixe mais justo entre chave digital e parafuso,

parafuso e placa, maior facilidade no manuseio e modelagem das placas com os instrumentais fornecidos pelo fabricante, e distorção ou deformação da cabeça do parafuso ou da ponta ativa da chave durante instalação. Essas variáveis são de avaliação complexa e devem ser relacionadas com as características microestruturais do material empregado, uma vez que podem influenciar o processo de cura do paciente.

7. CONCLUSÕES

Analisando a metodologia aplicada e os resultados obtidos, podemos concluir:

- Entre as placas, os grupos I, II e III apresentaram microestrutura similar, apresentando as mesmas propriedades mecânicas. As placas do grupo IV apresentaram microestrutura alterada, em relação aos outros grupos, indicando maior maleabilidade desse material.
- Não houve diferença microestrutural entre os parafusos dos grupos I, II, III e IV. Todos apresentaram a mesma disposição e uniformidade de grãos. Devido a sua composição de liga, apresentaram maior dureza à deformação plástica, em comparação às placas.
- Todos os grupos obedecem às normas da ASTM.

O presente trabalho representa o primeiro de uma nova linha de pesquisa desenvolvida pela Área de Cirurgia Bucomaxilo da FOP-UNICAMP. Atualmente, outros trabalhos estão sendo desenvolvidos analisando fractografia e testes biomecânicos com materiais de fixação de outros sistemas. Assim, uma análise completa dos sistemas de fixação irão nos proporcionar uma caracterização do material implantado em nossos pacientes.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Akahori T, Niinomi M. Fracture characteristics of fatigued Ti6Al4V ELI as an implant material. *Mater Sci Eng A*, 243, 237. 1998.

ASTM F67 - American Society for Testing Materials, Philadelphia. F67; *Standard Specification for Unalloyed Titanium, for Surgical Implant Applications*. 2006.

ASTM E3-95 – American Society for Testing Materials, Philadelphia. E3-95; *Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens*. 1995.

ASTM F136 – American Society for Testing Materials, Philadelphia. F136; *Standard Specification for Wrought Titanium-6Aluminum-4Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy for Surgical Implant Applications (UNS R56401)*.

ABNT NBR 15628-2 – Associação Brasileira de Normas Técnicas. NRB 15626-2: *Implantes para cirurgia — Componentes metálicos - Parte 2: Especificações para fundidos de liga titânio 6-alumínio 4-vanádio*. 2009.

ABNT NBR 15628-4 – Associação Brasileira de Normas Técnicas. NRB 15626-4: *Implantes para cirurgia — Componentes metálicos Parte 4: Requisitos para forjados de ligas de titânio com fases alfa e beta*. 2009.

ASTM E384-11e1 – American Society for Testing Materials, Philadelphia. E384-11e1; *Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials*. 2009 - <http://www.astm.org/Standards/E384.htm>).

Bresciani-Filho E, Silva IB, Batalha GF, Button ST. *Conformação plástica dos metais*. Campinas-SP: Editora da Unicamp, 6ª edição (1ª edição digital), 2011. ISBN 978-85-86686-64-1.

Champy M, Loddé JP, Schmitt R, Jaeger JH, Muster D. Mandibular Osteosynthesis by Miniature Screwed Plates Via a Buccal Approach. *J. max.-fac. Surg.* 6 (1978) 14-21.

Dayan AJ, Alaia, MJ. Catastrophic Failure of a Metal-on-Metal Total Hip Arthroplasty Secondary to Metal Inlay Dissociation. *The Journal of Arthroplasty* Vol. 26 No. 6 2011.

Eliasz N. *Degradation of Implant Materials*. Springer Science Business Media, New York, 29p, 2012.

Fazel-Rezai R. *Biomedical Engineering – From Theory to Applications*. Capítulo 17. Metals for Biomedical Applications. Copyright © 2011 InTech. Rijeka, Croatia. ISBN 978-953-307-637-9).

Floreen S, Raj R. *Flow and Fracture at Elevated Temperature*, ASM, Warrendale, PA, 1983, pp. 383–404.

Fonseca, R. J., Frost H, Hersh E., Levin L. M. *Oral and Maxillofacial Surgery*. 3^a Ed. Vol 1, cap 18, pag 481-522. Publisher Saunders, 2000

Gahhos F, Ariyan. Facial Fractures: Hippocratic Management. *Head & Neck Surgery* Jul/Aug 6:1007-1013, 1984

George F, Voort V. *Metallography: Principles and Practice*. Copyright © 1984 ASM International ®.

Gerber H, Perren SM. Evaluation of tissue compatibility of in vitro cultures of embryonic bone. In: Winter GD, Leray JL, de Groot K, eds. *Evaluation of Biomaterials*. Chichester: John Wiley & Sons, 1980:307–314.

Geringera J, Foresta B, Combrade P. Fretting-corrosion of materials used as orthopaedic implants, *Wear*, 259, 943, 2005.

Greenberg AM, Prein J. Craniomaxillofacial Reconstructive and Corrective Bone Surgery: Principles of Internal Fixation Using the AO/ASIF Technique. Springer©. ISBN 0-387-94686-1. 2002 Springer-Verlag New York, Inc. – capítulo 12)

Hardness Testing. [acesso 2012 Jul 30]. Disponível em: <http://www.keytometals.com/page.aspx?ID=CheckArticle&LN=PT&site=KTS&NM=1>)

Hayes RW. Oxygen Embrittlement and Time-Dependent Grain-Boundary Cracking of ALLVAC 718PLUS. Volume 39A, November 2008. The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International 2008. DOI: 10.1007/s11661-008-9564-8).

Huang Z, Iwashita C, Chou I, Wei RP. Metall. Trans. A, 2002, vol. 33A, pp. 1681–87.

Iamashita HY, Pereira VA, Monnazzi MS, Gabrielli MFR, Vaz LG, Passeri, LA. In vitro biomechanical evaluation of sagittal split osteotomy fixation with a specifically designed miniplate, Int J Oral Maxillofac Surg (2012), <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijom.2012.07.008>

Karl-Winnacker-Institut. Minimization of the Oxygen Embrittlement of Ti-Alloys. High Temperature Materials. DECHEMA - Forschungsinstitut. 2011. [acesso em 2012 Agost 03] <http://kwi.dechema.de/kwi/en/englishkwi.html>)

Katakura A, Shibahara T, Noma H, Yoshinari M. Material Analysis of AO Plate Fracture Cases. J Oral Maxillofac Surg 62:348-352, 2004

Keel JB, Kuster MS. Massive wear of an incompatible metal-on-metal articulation in total hip arthroplasty. J Arthroplasty 2004;19:638.

Leyens C, Peters M. Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, ISBN: 3-527-30534-3, 2003.

Lim LC, Watanabe T. Acta Metall. Mater., 1990, vol. 38, pp. 2507–16.

Lopes ESN. Correlação entre transformações de fases e comportamento mecânico de ligas Ti-Nb-Sn e sua aplicação na concepção de implantes ortopédicos com propriedades otimizadas. Dissertação de Mestrado – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica. Campinas-SP. 2009.

Manson PN, Assael LA, Klotch DW, Prein J, Rahn, Schilli W. Manual of Internal Fixation in the Cranio-Facial Skeleton: Techniques Recommended by the AO/ASIF Maxillofacial Group. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998. ISBN 3-540-61810-4.

Martola M, Lindqvist C, Hänninen H, Al-Sukhun J. Fracture of Titanium Plates Used for Mandibular Reconstruction Following Ablative Tumor Surgery. Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials. DOI 10.1002/jbmb. 2006.)

Michelet FX, Deymes J, Dessus B. Osteosynthesis with Miniaturized Screwed Plates in Maxillo-Facial Surgery. J. max.-fac. Surg. 1973.

Rae T. The toxicity of metals used in orthopaedic prostheses. *J Bone Joint Surg.* 1981;63-B:435–440.

Ray NJ. Aspects of the metallography of some pre-formed root canal posts and dentine pins. J. Dent 1986; 14: 218-222.

Ribeiro ALR, Vaz LG, Araujo RP, Sartori R. Hardness and characterization of the c.p. Ti when submitted to heat treatments and to the action of sodium fluoride solution. Rev Odontol UNESP; 2005; 34(2): 73-8.

Stoelinga PJW, Borstlap WA. The fixation of sagittal split osteotomies with miniplates: The versatility of a technique. *J Oral Maxillofac Surg* 2003; 61(12): 1471-6.

Tritschler B, Forest B, Rieu J. Fretting corrosion of materials for orthopaedic implants: a study of a metal/polymer contact in an artificial physiological medium. *Tribol Intl*, 32, 587, 1999.

Trivellato AE, Mazzonetto R, Passeri LA, Consani S. Estudo químico, macroscópico e da resistência à flexão de placas e parafusos de titânio usados na fixação interna rígida. *Pesqui Odontol Bras*, v. 14, n. 4, p. 392-398, out./dez. 2000.

Urban RM, Jacobs JJ, Gilbert JL, *et al.*. Migration of corrosion products from modular hip prosthesis: particle microanalysis and histopathological findings. *J Bone Joint Surg Am* 1994;76:1345.

Woodford DA. *Energy Mater.* vol. 1, pp. 59–79. 2006.

Yamamoto MK, *et al.*, Evaluation of surgical retreatment of mandibular fractures, *Journal of Cranio-Maxillo-Facial Surgery* (2012), doi:10.1016/j.jcms.2012.05.008