

 **M** 2018

U. PORTO
FEUP FACULDADE DE ENGENHARIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

DESENVOLVIMENTO DE IMPLANTES DENTÁRIOS CUSTOMIZADOS POR *SELECTIVE LASER MELTING*

JOANA ABREU SILVA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO APRESENTADA

À FACULDADE DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE DO PORTO EM

ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS

ORIENTADOR

PROFESSOR DOUTOR JOSÉ DOMINGOS DA SILVA SANTOS

<i>CANDIDATO</i>	Joana Abreu Silva	<i>Código:</i> 201305648	
<i>TÍTULO</i>	Desenvolvimento de Implantes Dentários Customizados por <i>Selective Laser Melting</i>		
<i>LOCAL</i>	Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto	<i>Sala:</i> F106 - 10h00	
<i>JURÍ</i>	<i>Presidente</i>	Professora Doutora Maria Ascensão Ferreira Silva Lopes	DEMM/FEUP
	<i>Arguente</i>	Doutora Maria Margarida Fernandes Machado	
	<i>Orientador</i>	Professor Doutor José Domingos da Silva Santos	DEMM/FEUP

Resumo

Atualmente, a dinâmica dos mercados, os avanços tecnológicos e a concorrência das empresas trouxeram mudanças significativas no processamento de materiais metálicos. Melhorias técnicas recentes dos processos de fabricação aditiva (FA) mudaram a sua aplicação da área da prototipagem para a produção de peças customizadas ou em série. A flexibilidade geométrica, juntamente com a redução do tempo de produção inerentes ao processo de *Selective Laser Melting* (SLM) e outros métodos de processamento aditivo semelhantes, são características procuradas pela indústria dentária e maxilofacial para a produção de implantes dentários customizados.

Este trabalho tem como objetivo contribuir para o estudo e análise da nova estratégia de produção de SLM na fabricação de implantes dentários customizados em titânio. Foi estudado, com pormenor, todos o processo de fabrico dos biomateriais customizados, desde a caracterização do pó inicial até à obtenção dos implantes dentários finais. Realizou-se uma análise granulométrica ao pó inicial. Foram utilizadas várias técnicas de análise para a caracterização da superfície e da microestrutura de diferentes amostras. Realizaram-se ensaios de microdureza, que contribuíram para a caracterização mecânica da liga. Para o efeito, foram produzidas várias amostras num equipamento SLM. A análise granulométrica foi realizada no Departamento de Engenharia Química da FEUP. Os ensaios mecânicos foram realizados no Instituto de Engenharia Mecânica e Gestão Industrial e no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da FEUP. A análise por microscopia eletrónica de varrimento foi realizada no Centro de Materiais da Universidade do Porto.

Com este trabalho verificou-se que a liga Ti6Al4V apresenta uma microestrutura composta, maioritariamente, por martensite quando é fabricada por SLM. De forma a aliviar as tensões residuais e melhorar propriedades mecânicas foi necessário efetuar um tratamento térmico logo após o seu fabrico, o que permitiu transformar uma microestrutura martensítica numa constituída por uma mistura de duas fases, α e β . Verificou-se ainda que o tratamento de SLA é eficiente na criação de rugosidade extrema na superfície dos implantes, no entanto as lavagens subsequentes realizadas com soluções ácidas não foram suficientes para eliminar por completo as partículas de alumina utilizadas no jateamento da superfície. Constatou-se que havia uma diminuição de dureza após tratamento térmico quando comparado com uma amostra que não tinha sido tratada termicamente, e um ligeiro aumento nos valores da dureza nas amostras com diferentes tratamentos de superfície.

Palavras-Chave

Fabricação Aditiva, *Selective Laser Melting*, Implantes customizados, titânio.

Abstract

Nowadays the dynamics of markets, technology advances, and companies' competition have brought significant changes in the processing of metallic materials. Recent technical improvements of additive manufacturing (AM) processes have shifted their application from prototyping to the production of parts either as customised or series. The geometric flexibility, coupled with the reduced time of production inherent of Selective laser melting (SLM) and other similar additive processing methods are the characteristics sought by dental industry to produce custom dental implants

This work aims to support the study and analysis of the new strategy of SLM production in the manufacture of custom dental implants in titanium. It was studied, in detail, all the SLM manufacturing process of the customized biomaterials, from the characterization of the initial powder to the final dental implants. A granulometric analysis was performed on the initial powder. Several analysis techniques were used to characterize the surface and microstructure of different samples. Microhardness tests were carried out, which contributed to the mechanical characterization of the alloy. For this purpose, several samples were produced on an SLM equipment. The granulometric analysis was performed at the Departamento de Engenharia Química at FEUP. The mechanical tests were carried out at the Instituto de Engenharia Mecânica e Gestão Industrial and at the Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais at FEUP. The analysis by scanning electron microscopy was performed at the Centro de Materiais da Universidade do Porto.

With this work it was verified that the Ti6Al4V alloy presents a microstructure composed, mostly, of martensite when it is manufactured by SLM. In order to alleviate residual stresses and improve mechanical properties it is necessary to perform a thermal treatment soon after the manufacture by SLM, which allowed to transform a martensitic microstructure in another one constituted by a mixture of two phases, α and β . It has further been found that SLA treatment is efficient in creating extreme roughness on the surface of the implants, however subsequent washes performed with acid solutions were not sufficient to eliminate the alumina particles used in surface blasting. It was found that there was a decrease in hardness after heat treatment when compared to a sample that had not been heat treated, and a slight increase in hardness values in the samples with different surface treatments.

Agradecimentos

Em primeiro lugar gostaria de agradecer à Boneeasy, e a toda a sua equipa, por me terem recebido e proporcionado todas as condições para a realização deste projeto, numa área tecnológica tão atual e inovadora.

Um agradecimento especial ao Professor Doutor José Domingos dos Santos pela oportunidade e privilégio de receber a sua orientação e pelo incentivo que me deu ao longo de todo o trabalho, pela ajuda na interpretação dos resultados e revisão de todo o texto e pelo importante conhecimento que me transmitiu como docente desta faculdade.

Ao Doutor Rui Coelho, manifesto o meu reconhecimento e gratidão pela enorme simpatia e amizade com que sempre me recebeu; pelo apoio, pela dedicação, pela disponibilidade, pelo incentivo à realização desta dissertação e pela paciência demonstrada na partilha dos seus conhecimentos na área da medicina dentária e maxilofacial. Ter oportunidade de trabalhar com alguém com o seu conhecimento e experiência foi enriquecedor em todos os níveis e que jamais esquecerei.

À Barbara Pereira pela simpatia, apoio, disponibilidade, opiniões e colaboração no solucionar de dúvidas que foram ocorrendo na realização deste trabalho.

À minha mãe, por todo o incentivo e educação que me deu, por estar sempre ao meu lado em todos os momentos, a ti devo tudo que consegui alcançar na minha formação como engenheira.

Ao meu irmão pela amizade e companheirismo.

Ao meu avô que com a sua história de vida sempre foi uma inspiração, pela força e carinho demonstrados ao longo destes 5 anos.

Por fim, a todos os amigos que contribuíram, de uma forma ou de outra, para a minha formação como engenheira e por tudo o que vivi e cresci com eles ao longo deste percurso académico.

A todos, o meu muito obrigada!

Índice

Resumo	i
Palavras-Chave	i
Abstract	ii
Agradecimentos	iii
Lista de Figuras.....	vi
Lista de Tabelas	ix
Abreviaturas e Símbolos.....	x
1.Introdução	1
1.1 Apresentação da RESDEVMED	1
1.2 Enquadramento do projeto.....	1
1.3 Objetivos do projeto	1
1.4 Organização e temas abordados na dissertação.....	2
2. Revisão Bibliográfica	3
2.1 Biomateriais metálicos	3
2.1.1 Requisitos para as ligas metálicas biocompatíveis	3
2.2 Principais ligas biocompatíveis	5
2.2.1 Aços inoxidáveis	5
2.2.2 Ligas de CoCr	5
2.2.3 Titânio e ligas de titânio	6
2.2.3.1 Liga Ti6Al4V	9
2.3 Propriedades das diferentes ligas metálicas biocompatíveis.....	9
2.4 Implantes dentários	10
2.4.1. Características dos implantes	11
2.4.1.1 Propriedades topográficas.....	12
2.4.1.2 Propriedades físicas	12
2.4.1.3 Propriedades químicas	14
2.4.2 Tratamentos de superfície	14
2.4.3 Implantes customizados	16
2.5 Fabricação aditiva.....	17
2.5.1 Vantagens e desvantagens da FA.....	17
2.5.1.1 Liberdade de geometria	17
2.5.1.2 Eliminação de ferramentas.....	17

2.5.1.3 Custos.....	18
2.5.3 Fabricação aditiva de componentes metálicos	19
2.5.3.1 <i>Selective Laser Melting</i> (SLM).....	19
2.5.3.2 <i>Electron Beam Melting</i> (EBM)	21
2.5.3.3 SLM vs EBM.....	22
3. Materiais e métodos experimentais	24
3.1 Materiais e equipamentos	24
3.2.1 Fabrico de implantes dentários por SLM	24
3.2.2 Tratamento de superfície dos implantes	28
3.2.3 Análise Granulométrica	30
3.2.4 Análise de rugosidade superficial	30
3.2.5 Análise microestrutural.....	31
3.2.5.1 Preparação metalográfica	31
3.2.5.2 Microscopia eletrónica de varrimento	32
3.2.6 Ensaio de microdureza	32
4. Resultados e discussão	33
4.1 Impressão 3D das peças obtidas	33
4.2 Análise Granulométrica.....	33
4.2 Caracterização da superfície dos implantes	35
4.2.1 Análise por Microscopia Eletrónica de Varrimento	35
4.2.2 Rugosidade das superfícies	39
4.2.2.1 Perfilometria mecânica	40
4.3 Análise microestrutural.....	43
4.4 Ensaio de microdureza	47
4.4.1 Comparação e análise de resultados	48
5. Conclusão	50
Referências Bibliográficas	51
Anexo A: Resultados -Análise por Microscopia Eletrónica de Varrimento.....	58
Anexo B: Resultados -Análise microestrutural	59

Lista de Figuras

Figura 1: Estrutura cristalina das fases do titânio a) HCC α e b) CCC B.....	7
Figura 2: Diagrama de equilíbrio de fases do sistema Ti-Al.....	8
Figura 3: Ângulos de contacto. Um elevado ângulo de contacto corresponde a um material hidrofóbico (não molha) e um baixo ângulo de contacto corresponde a um material hidrofílico (molha).....	13
Figura 4: Princípio de funcionamento de FA.....	18
Figura 5: Esquema do processo de SLM.....	20
Figura 6: Esquema do processo de EBM.....	21
Figura 7: Equipamento SLM utilizado para a fabricação de implantes dentários, TruPrint 1000.....	24
Figura 8: Desenho CAD de uma malha, Mesh4U.....	25
Figura 9: Desenho CAD de um implante, Implantize Total Hybrid.....	25
Figura 10: Implantes colocados no disco virtual de fabricação no programa 3Shape Cambridge.....	26
Figura 11: Ciclo térmico para o tratamento térmico após fabricação SLM.....	27
Figura 12: Equipamento utilizado para polimento.....	28
Figura 13: Equipamento utilizado para jateamento.....	29
Figura 14: Amostras utilizadas para análise de rugosidade: a) Jateamento; b) SLA; c) Sem tratamento.....	30
Figura 15: Perfilómetro mecânico HommelWerke T8000, INEGI.....	31
Figura 16: Amostras utilizadas para análise microestrutural: a) Após fabrico SLM; b) Após tratamento térmico; c) Polida; d) Jateamento com partículas de alumina; e) SLA.....	31
Figura 17: Amostras montadas em resina fenólica: a) Após fabrico SLM; b) Após tratamento térmico; c) Polida; d) Jateamento com partículas de alumina; e) SLA.....	31
Figura 18: Durómetro DURAMIN, DEMM-FEUP.....	32
Figura 19: Disco de fabricação com os implantes e os respetivos suportes.....	33
Figura 20: Distribuição granulométrica do pó de Ti6Al4V.....	33
Figura 21: Imagem SEM do pó inicial de Ti6Al4V.....	34
Figura 22: Imagem SEM da amostra polida, eletrões secundários, 500x.....	36
Figura 23: Imagem SEM da amostra polida, eletrões retrodifundidos, com as zonas analisadas por EDS representadas, 10000x.....	36
Figura 24: Análise EDS da zona Z1 da amostra Polida.....	36
Figura 25: Análise EDS da zona Z2 da amostra Polida.....	36
Figura 26: Imagem SEM da amostra Jateamento, eletrões secundários, 500x.....	37
Figura 27: Imagem SEM da amostra Jateamento, eletrões retrodifundidos, 500x.....	37

Figura 28: Imagem SEM da amostra Jateamento, eletrões retrodifundidos, com as zonas analisadas por EDS representadas, 2000x.....	38
Figura 29: Análise EDS da zona Z3 da amostra Jateamento.....	38
Figura 30: Imagem SEM da amostra SLA, eletrões secundários.....	38
Figura 31: Imagem SEM da amostra SLA, eletrões secundários, 2000x.....	38
Figura 32: Imagem SEM da amostra SLA, eletrões secundários, 10000x.....	38
Figura 33: Imagem SEM da amostra SLA, eletrões retrodifundidos, com as zonas analisadas por EDS representadas, 2000x.....	38
Figura 34: Perfis da amostra Polida.....	38
Figura 35: Perfis da amostra Jateamento.....	40
Figura 36: Perfis da amostra SLA.....	40
Figura 37: Microestrutura da amostra após fabrico SLM, 2000x.....	43
Figura 38: Microestrutura da amostra após fabrico SLM, 5000x, com algumas agulhas de martensite assinaladas com setas e fase α globular assinalado a verde.....	43
Figura 39: Microestrutura da amostra Tratamento Térmico, 2000x.....	44
Figura 40: Microestrutura da amostra Tratamento Térmico, 5000x: Zonas clara: fase α ; Zonas escuras: fase β	44
Figura 41: Microestrutura da amostra Polida, 2000x.....	45
Figura 42: Microestrutura da amostra Polida, 5000x.....	45
Figura 43: Microestrutura da amostra Jateamento, 2000x.....	45
Figura 44: Microestrutura da amostra Jateamento, 5000x.....	45
Figura 45: Microestrutura da amostra SLA, 2000x.....	46
Figura 46: Microestrutura da amostra SLA, 5000x.....	46
Figura 47: Microestrutura da amostra Polida, com as zonas analisadas por EDS representadas, 50000x.....	46
Figura 48: Análise EDS da zona Z1 da amostra Polida.....	46
Figura 49: Microestrutura da amostra SLA, com a zona analisada por EDS representada, 2000x.....	46
Figura 50: Microestrutura da amostra SLA, com a zona analisada por EDS representada, 20000x.....	47
Figura 51: Análise EDS da zona Z1 da amostra SLA.....	47
Figura 52: Análise EDS da zona Z2 da amostra SLA.....	47
Figura 53: Microdureza das amostras estudadas e respetivos desvios padrão.....	47
Figura A.1: Análise EDS da zona Z1 da amostra Jateamento.....	57
Figura A.2: Análise EDS da zona Z1 da amostra SLA.....	57
Figura B.1: Espectro EDS global da amostra 3D.....	58

Figura B.2: Espectro EDS global da amostra Tratamento térmico.....	58
Figura B.3: Espectro EDS global da amostra Polida.....	58
Figura B.4: Espectro EDS global da amostra Jateamento.....	59
Figura B.5: Espectro EDS global da amostra SLA.....	59

Lista de Tabelas

Tabela 1: Composição química (% em peso) de aço inoxidável 316L	5
Tabela 2: Composição química (% em peso) das ligas CoCr usadas no fabrico de implantes ...	6
Tabela 3: Vantagens e desvantagens dos 3 grandes grupos de materiais biocompatíveis	10
Tabela 4: Principais propriedades físicas e mecânicas dos aços inoxidáveis, ligas de CoCr e titânio.....	10
Tabela 5: Classificação dos implantes, de acordo com a sua rugosidade média (R_a).....	12
Tabela 6: Percentagem de ferro e oxigénio presente nos diferentes graus de titânio comercialmente puro e numa liga de titânio (% atómica)	14
Tabela 7: Principais diferenças entre SLM e EBM.....	22
Tabela 8: Composição química do pó de Ti6Al4V grau V (%wt)	24
Tabela 9: Parâmetros do processo SLM	26
Tabela 10: Etapas do processo de polimento	28
Tabela 11: Etapas do tratamento químico SLA	29
Tabela 12: Valores obtidos, por perfilometria mecânica, para os diferentes parâmetros de rugosidade	42
Tabela 13: Valores de dureza (HV) para cada amostra.....	48

Abreviaturas e Símbolos

SLM - *Selective Laser Melting*

CoCr - Ligas Cobalto-Crômio

PMMA - poli(metacrilato de metilo)

Ti - Titânio

cpTi - Titânio comercialmente puro

ASTM - *American Society for Testing and Materials*

HC - Estrutura Hexagonal Compacta

CCC - Estrutura Cúbica de Corpo Centrado

FA - Fabricação Aditiva

CAD 3D- *Three-dimensional Computer-aided design*

STL - *Stereolithography*

SLI - *Slide file*

EBM - *Electron Beam Melting*

SLA - *Sandblast and Acid-etched*

SEM - Microscópio eletrônico de varrimento (do inglês *Scanning Electron Microscope*)

EDS - Espectroscopia de Raios X

1.Introdução

1.1 Apresentação da RESDEVMED

A RESDEVMED apresenta como objeto principal da sua atividade o desenvolvimento de atividades biotecnológicas para aplicações médicas, a sua fabricação e comercialização.

Como resultado da enorme experiência, trabalho de ID desenvolvido e conhecimento gerado pelos promotores da empresa, a mesma foi evoluindo no âmbito da sua atividade até à criação da RESDEVMED, a qual possui várias salas-limpas devidamente autorizadas pelas autoridades de saúde, para o fabrico de biomateriais. Atualmente, a empresa está a promover diversas parcerias com instituições de I&D, e outras empresas nacionais e estrangeiras que atuam na mesma área ou em áreas afins.

A RESDEVMED, comercialmente conhecida como Boneeasy representa várias outras marcas: Teknimed (substitutos ósseos sintéticos, cimentos ortopédicos, polímeros reabsorvíveis, ligamentos reabsorvíveis), Golnit (politetrafluoretileno (PTFE), Lupas Schultz (ampliação para microcirurgia), Alttion (microscópios cirúrgicos), General Implants (parafusos de osteossíntese) e Euroklee (membranas para a regeneração óssea).

1.2 Enquadramento do projeto

Recentemente a Boneeasy em parceria com outras empresas desenvolveu uma solução para a comercialização de implantes customizados, tendo realizado um investimento muito significativo na tecnologia aditiva pelo processo de *Selective Laser Melting* (SLM), permitindo assim a produção de implantes individualizados. A vantagem competitiva da empresa nesta área reporta-se ao seu elevado conhecimento técnico e científico (fruto das boas relações com entidades do SCTN, como é o caso da Universidade do Minho e da Universidade do Porto, em particular com a Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto e a Faculdade de Medicina Dentária), bem como à experiência acumulada pela sua equipa, que a leva a conhecer adequadamente as características e especificidades dos produtos em causa.

1.3 Objetivos do projeto

No presente trabalho procurou-se analisar, com pormenor, todo o processo de fabrico de implantes customizados em liga de titânio (Ti6Al4V), pelo processo de SLM, desde a caracterização do pó inicial até à obtenção do implante final. Pretendeu-se, ainda, investigar a influência de diferentes tratamentos de superfície na criação de rugosidade na superfície dos implantes. Foi realizado um estudo comparativo das propriedades mecânicas, caracterização superficial e microestrutural em diferentes amostras.

1.4 Organização e temas abordados na dissertação

A dissertação encontra-se dividida em duas partes distintas: pesquisa bibliográfica e atividade experimental.

A pesquisa bibliográfica foi estruturada de forma a identificar os principais biomateriais metálicos e as suas características, focando-se principalmente na liga de titânio Ti6Al4V, nos principais processos de fabricação aditiva utilizados para o titânio e os motivos que levaram ao crescimento desta tecnologia, nomeadamente na fabricação de implantes customizados, englobando as suas vantagens e desvantagens. Os processos mais importantes inerentes a esta tecnologia foram descritos, com particular atenção no processo de maior relevo analisado na atividade experimental, o SLM.

A atividade experimental focou-se no estudo do processo SLM, nos tratamentos de superfície, e na caracterização mecânica e microestrutural, através da fabricação de diferentes implantes. Recorrendo a autores devidamente referenciados, foi possível obter informação comparativa entre processos para justificar resultados obtidos na parte experimental deste trabalho.

2. Revisão Bibliográfica

2.1 Biomateriais metálicos

Comparados com outros biomateriais, como os cerâmicos e os polímeros, os biomateriais metálicos possuem propriedades mecânicas importantes quando usados para a fabricação de implantes. A razão pela qual os biomateriais metálicos continuam a ser extensivamente usados para a fabricação de implantes, continua a ser a mesma razão que levou à sua eleição inicial para estes dispositivos, há muitas décadas atrás. A capacidade de suportar tensões extremamente elevadas e de natureza dinâmica que esta classe de materiais pode fornecer, assumindo um processamento adequado, proporciona um desempenho confiável do implante a longo prazo em situações sujeitas a cargas elevadas. A par com a relativa facilidade de fabricar geometrias simples e complexas utilizando técnicas de fabricação disponíveis (por exemplo, fundição, forjamento, maquinagem, fabricação aditiva), combina-se uma série de propriedades que promovem o uso do metal, principalmente, nas áreas de ortopedia e na medicina dentária, sendo que são estas as áreas que utilizam dispositivos que estão sujeitos a cargas mais elevadas. Os biomateriais metálicos são também usados em vários dispositivos funcionais, nos quais não existem cargas aplicadas, tais como: válvulas, *pacemakers*, arames condutores, etc. [1, 2].

2.1.1 Requisitos para as ligas metálicas biocompatíveis

Os principais requisitos que necessitam de ser preenchidos pela generalidade dos biomateriais são [1]: resistência à corrosão, biocompatibilidade, biofuncionalidade e processabilidade.

Resistência à corrosão

A corrosão ocorre no momento em que substâncias químicas, contidas nos fluídos do corpo humano, reagem com o implante metálico, formando óxidos ou outros compostos decorrentes de uma reação química. Tal facto, pode enfraquecer o implante, e as partículas produzidas poder-se-ão alojar nos tecidos em torno do implante metálico. Posteriormente podem danificá-lo, por isso, a seleção de um material que possua uma resistência elevada à corrosão é fulcral para o sucesso de um implante [1, 3].

Biocompatibilidade

A biocompatibilidade consiste na formação superficial de filmes de óxidos (passivação), como por exemplo no caso do óxido de cromo nos aços inoxidáveis e ligas de CrCo (Cobalto-Cromo) ou do dióxido de titânio nas ligas de titânio, para os proteger da corrosão. Estes filmes de óxidos apresentam um comportamento inerte perante o ambiente

de processamento da prótese até à sua embalagem ou mesmo durante a intervenção cirúrgica [4, 5].

Biofuncionalidade

A biofuncionalidade está diretamente relacionada com as propriedades químicas e mecânicas do material compatíveis com a sua função e aplicabilidade no corpo humano. A seleção da liga metálica biocompatível deve ter em conta as seguintes propriedades mecânicas [6]:

- **Módulo de elasticidade:** No caso dos implantes, é importante que o seu valor seja o mais próximo possível do osso (entre 7 e 30 GPa, [7]). No caso de a liga metálica apresentar uma elevada rigidez, pode impedir que as cargas que lhe são aplicadas se transmitam para o osso, fazendo com que este perca densidade. O fenómeno de *stress shielding* é um processo que ocorre devido ao facto de as forças exercidas sobre um membro que tem uma prótese serem diferentes das de um membro normal, o que leva à diminuição do osso numa dada zona (osteopenia).

- **Resistência à fadiga:** Esta propriedade é importante pois é essencial que as peças metálicas não sofram ruturas quando submetidas a tensões repetitivas ou cíclicas muito mais baixas do que as tensões estáticas simples. Os principais fatores que afetam a resistência à fadiga de um metal são a concentração de tensões, a rugosidade superficial, o estado da superfície e o ambiente do meio;

- **Tenacidade à fratura:** Esta é uma importante medida da capacidade que um material tem para resistir à propagação de uma fissura até que ocorra a fratura;

- **Tensão de rutura:** É a capacidade que um material possui para resistir a uma tensão antes de atingir a rutura. É uma importante propriedade no sentido em que pode dar algumas indicações de defeitos nas peças, tais como a presença de porosidades ou inclusões. Estes defeitos fazem com que o valor da tensão seja inferior ao habitual;

- **Extensão após rutura:** Permite verificar a ductilidade de um material, ou seja, indica a sua capacidade máxima de deformação plástica.

Processabilidade

As propriedades físicas e mecânicas podem ser otimizadas em função dos processos utilizados aquando da fabricação do implante. Existem vários processos de fabrico possíveis para a obtenção de um implante metálico, nomeadamente, maquinagem, estampagem, fundição, fabricação aditiva, etc. Assim, torna-se importante não só escolher o material de acordo com as suas propriedades, mas também selecionar o processo de fabrico do implante de forma a tirar o melhor proveito dessas mesmas propriedades e conjugá-las com a aplicação final do implante [1, 3].

2.2 Principais ligas biocompatíveis

2.2.1 Aços inoxidáveis

Os aços inoxidáveis são essencialmente ligas ferro - carbono - cromo, podendo conter outras adições importantes, em particular de níquel e molibdênio; são usados em aplicações que exigem elevada resistência à corrosão. Embora pequenas adições de cromo, da ordem dos 5%p, sejam já responsáveis por uma melhoria da resistência à corrosão do ferro, para que um aço seja considerado inoxidável deve apresentar uma matriz metálica com um teor mínimo de 12%p em cromo dissolvido. O cromo passiva a superfície do aço formando uma camada de óxido de pequena espessura, invisível a olho nu, muito aderente, que protege o metal subjacente. Para que se forme esse óxido o ambiente em que o aço é solicitado deve ser oxidante. A danificação mecânica ou química da camada de óxido é seguida da sua regeneração, mantendo-se a resistência à corrosão assegurada [8].

O aço inoxidável mais utilizado como biomaterial em implantes está classificado como 316L pelo Instituto Americano do Ferro e do Aço. Esta liga em particular pertence ao grupo dos aços inoxidáveis austeníticos (classe de aços inoxidáveis que têm baixo teor em carbono, inferior a 0,15%p, teores em cromo entre 12 e 25%p e em níquel entre 8 e 20%p), e contem uma baixa quantidade de carbono (a designação da liga com um L significa que contém pouco carbono - 0,03% no máximo), e aproximadamente 17 a 20% de cromo. A composição química do aço inoxidável 316L está apresentada na tabela 1 [4, 7, 8].

Tabela 1: Composição química (% em peso) de aço inoxidável 316L. (Adaptado de[7])

Designação	Fe	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo
316L	Base	0,03máx	2máx	0,025máx	0,01máx	0,75máx	17-19	13-15	2,25-3

O cromo reage com o oxigênio, formando uma camada de óxido de cromo resistente à corrosão. Por sua vez, a presença de molibdênio está relacionada com a necessidade de melhorar a resistência à corrosão nas fronteiras de grão [4, 7-9].

A maior parte dos implantes em aço inoxidável 316L são fabricados por fundição, de preferência com recurso à fusão em vácuo, permitindo dessa forma melhorar as propriedades de resistência à corrosão e obter uma estrutura livre de ferrite [7].

2.2.2 Ligas de CoCr

As ligas de cobalto foram inicialmente utilizadas na década de 30. As ligas CoCrMo, vulgarmente designadas por *Vitallium*, começaram a ser usadas pela primeira vez como ligas de fundição para aplicações dentárias. Posteriormente, nos anos 40, foram adaptadas para aplicações ortopédicas [7].

As ligas de CoCr usadas para implantes podem ser divididas em dois grupos distintos, as fundidas e as trabalhadas, nos quais se incluem as seguintes ligas, de acordo com a ASTM (*American Society for Testing and Materials*) [7]:

- Ligas fundidas de CoCr:
 - ASTM F75 (Co28Cr6Mo).
- Ligas trabalhadas de CoCr (obtidas por forjamento, laminagem ou extrusão):
 - ASTM F90 (Co20Cr15W10Ni);
 - ASTM F799 (Co20Cr6Mo, liga trabalhada, mas com uma composição idêntica à liga fundida ASTM F75);
 - ASTM F562 (Co35Ni20Cr10Mo).

A composição química destas ligas está descrita na tabela 2.

Tabela 2: Composição química (% em peso) das ligas CoCr usadas no fabrico de implantes (Adaptado de [7]).

Designação	Co	Cr	Mo	Ni	Fe	C	Si	Mn	W	P	S
ASTM F 75	Base	27-30	5-7	1	0,75	0,35	1	1	0,2	0,02	0,01
F 90	Base	19-21	-	9-11	3	0,05-0,15	0,4	1-2	14-16	0,04	0,03
F 562	Base	19-21	9-10,5	33-37	1	0,025	0,15	0,15	-	0,015	0,01
F 799	Base	26-30	5-7	1	0,75	0,35	1	1	-	-	-

De todas estas ligas existem duas que são exaustivamente utilizadas na produção de implantes, a liga fundida ASTM F75 (Co28Cr6Mo) e a ASTM F562 (Co35Ni20Cr10Mo) [7].

2.2.3 Titânio e ligas de titânio

O titânio e as suas ligas aparecem como sendo um grupo de materiais metálicos muito interessante e com grandes aplicações na indústria aeroespacial, biomédica e química na medida em que apresentam uma combinação única entre as suas excelentes propriedades mecânicas específicas com uma alta fiabilidade durante serviço [10].

O titânio é um elemento de baixa densidade (4,5 g/cm³), aproximadamente 60% da densidade do ferro e as suas propriedades podem ser melhoradas pela adição de elementos de liga. O titânio e as suas ligas foram desenvolvidos com o intuito de apresentarem uma inexistente ou reduzida reação com os tecidos envolventes no implante, devido a um filme de óxidos que se forma na superfície. A crescente utilização deste material deve-se essencialmente ao seu baixo módulo de elasticidade (aproximadamente 100 GPa), superior biocompatibilidade e resistência à corrosão superior em comparação às ligas de aço inoxidável e *CoCr*. Estas características atrativas foram a razão pela qual se iniciou a sua

produção, inicialmente do titânio puro (vulgarmente CpTi) e mais tarde ligas $\alpha + \beta$ (Ti6Al4V), e recentemente as ligas β [3, 7].

O titânio puro é um metal alotrópico: adota mais do que uma estrutura cristalina consoante a temperatura. À temperatura ambiente apresenta uma estrutura hexagonal compacta (HC), conhecida como fase α . Um aumento de temperatura para valores de 882 °C, promove uma transformação alotrópica, passando a ter uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC), através do aparecimento da fase β que se mantém constante até à sua fusão, a 1670 °C. As células unitárias do titânio hexagonal compacto (HC) e da cúbica de corpo centrado (CCC) estão representadas esquematicamente na figura 1, assim como os seus planos e direções mais densamente compactados destacados [7, 11].

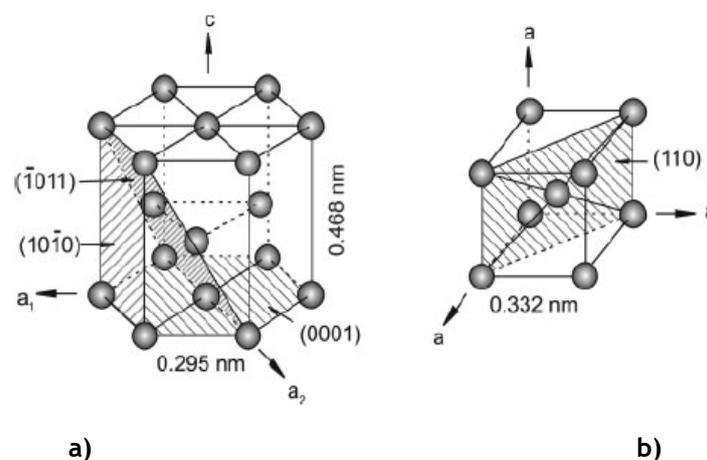


Figura 1: Estrutura cristalina das fases do titânio a) HCC α e b) CCC β [11].

A temperatura de transformação $\alpha \rightarrow \beta$ é estreitamente influenciada pelos estabilizadores de fase α (elementos intersticiais, tais como o oxigénio, azoto e carbono e por alguns metais como, o alumínio e o estanho) que a fazem subir e aumentar o seu domínio α e pelos estabilizadores de fase β (elementos de transição, tais como o molibdénio (Mo), o vanádio (V), o nióbio (Nb), o crómio (Cr), os metais nobres e o ferro) que fazem baixar a temperatura de transformação e aumentar o domínio de fase β [12].

No diagrama de fases de uma liga de titânio, representado na figura 2, os domínios das fases α e β aparecem separados por uma região em que coexistem as duas fases, em que o seu domínio e extensão depende da concentração dos elementos presentes. Assim, após processamento, as ligas de titânio dividem-se em ligas α , ligas β e ligas $\alpha + \beta$ [12].

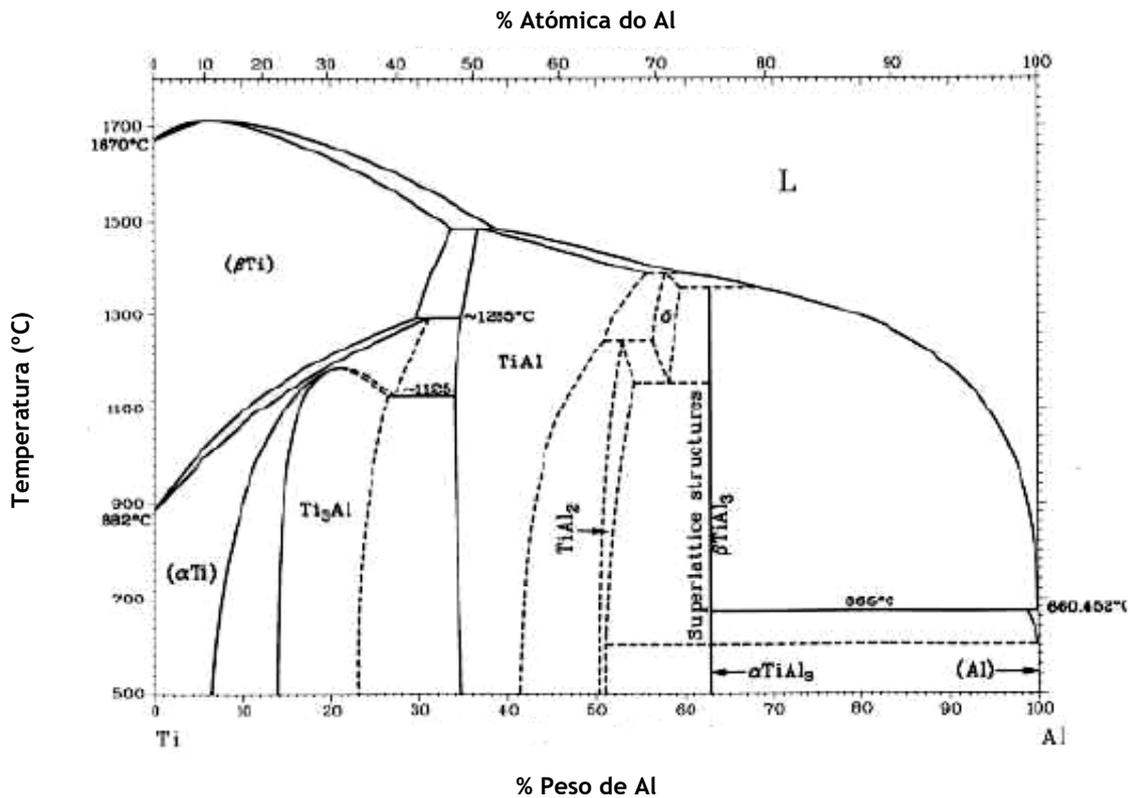


Figura 2: Diagrama de equilíbrio de fases do sistema Ti-Al [13]

As ligas $\alpha+\beta$ (na qual a liga de titânio Ti6Al4V, estudada na parte experimental deste trabalho, é a de maior aplicação dentro deste grupo de ligas) contêm um ou mais elementos estabilizadores β e possuem à temperatura ambiente uma mistura de fases α e β em equilíbrio. Estas ligas podem ter as suas características mecânicas ajustadas/controladas mediante tratamento térmico, sendo utilizadas para aplicações a temperaturas inferiores a 500°C [12].

A utilização do titânio e das suas ligas no fabrico de implantes dentários tem como vantagem a sua grande reatividade originada pela elevada energia de superfície. Por esta razão, os implantes fabricados com este material, apresentam uma enorme capacidade para oxidarem e formarem, à superfície, uma camada de óxidos protetora. Esta camada forma-se espontaneamente e imediatamente após o contacto do implante com o ar ou com outros fluídos biológicos, à temperatura ambiente. A camada protege o implante, sendo responsável pela sua excelente biocompatibilidade e elevada resistência à corrosão. Favorece a adsorção de proteínas extracelulares e, assim, a osteogénese, uma vez que as interações ocorrem entre os sistemas biológicos e esta camada superficial de óxidos. É formada maioritariamente por dióxido de titânio, embora também estejam presentes as formas de óxido e trióxido de titânio [14-19].

2.2.3.1 Liga Ti6Al4V

A liga de titânio Ti6Al4V foi desenvolvida no início dos anos 50 para aplicações aeroespaciais e é atualmente conhecida como a liga de titânio mais comumente usada. É uma liga $\alpha + \beta$, resultante da combinação entre elementos estabilizadores da fase α , como é o caso de alumínio, e fase β , no caso do vanádio, o que resulta na formação de fase mista entre cada uma destas fases. Possui uma combinação única de propriedades como: resistência mecânica, ductilidade, resistência à corrosão e biocompatibilidade. A densidade consideravelmente baixa da liga Ti6Al4V ($\sim 4,43 \text{ g/m}^3$) pode efetivamente reduzir o peso dos componentes de aeronaves e dos automóveis, mantendo uma resistência superior, melhorando a eficiência de combustível e reduzindo os custos. Apesar deste conjunto de propriedades, esta liga apenas pode ser utilizada até temperaturas de 300°C devido à sua baixa resistência à fluência [10, 20, 21].

A quantidade de fase α e β da liga Ti6Al4V está dependente dos parâmetros de produção: um aumento de temperatura potencia o aparecimento da fase β e um arrefecimento após o tratamento irá favorecer o aparecimento da fase α . Esta liga contém uma fração de volume de fase β de aproximadamente 15% a uma temperatura de equilíbrio de 800°C . À temperatura ambiente a fase α domina, mas quando se aumenta a temperatura para valores de 995°C (temperatura de transição) apenas existe a fase β . Nesta liga, o alumínio é adicionado com o objetivo de endurecer a liga por solução sólida e estabilizar a fase α . Por sua vez, o vanádio estabiliza a fase β e, assim, retarda a formação da fase α e promove a transformação da fase β em martensite [22, 23].

A par das duas fases principais, existem ainda as fases α' e α'' cuja presença apresenta uma influência relevante nas propriedades mecânicas da liga. A fase α' caracteriza-se sobretudo por possuir uma estrutura HC com um grão inferior ao da fase α , o que se traduz numa resistência mecânica superior por maior capacidade de encruamento. A sua formação é decorrente de um arrefecimento a partir de uma temperatura acima dos 800°C . Por sua vez, a fase α'' apresenta propriedades mecânicas similares à fase β e uma estrutura cristalina intermédia entre HC e CCC [22, 23].

2.3 Propriedades das diferentes ligas metálicas biocompatíveis

Relativamente aos três grupos de materiais utilizados no fabrico de implantes apresentados anteriormente (aços inoxidáveis austeníticos, ligas de CoCr e titânio e respetivas ligas), estes têm certas vantagens e desvantagens associadas. A tabela 3 apresenta as principais vantagens e desvantagens de cada um destes grupos.

Tabela 3: Vantagens e desvantagens dos 3 grandes grupos de materiais biocompatíveis [7].

	Vantagens	Desvantagens
Aços inoxidáveis austeníticos	<ul style="list-style-type: none"> • Custo • Disponibilidade • Processamento 	<ul style="list-style-type: none"> • Comportamento a longo prazo • Elevado módulo de elasticidade
Ligas de CoCr	<ul style="list-style-type: none"> • Resistência ao desgaste • Resistência à corrosão • Resistência à fadiga 	<ul style="list-style-type: none"> • Biocompatibilidade • Elevado módulo de elasticidade
Ligas de titânio	<ul style="list-style-type: none"> • Biocompatibilidade • Resistência à corrosão • Baixo módulo de elasticidade • Resistência à fadiga 	<ul style="list-style-type: none"> • Resistência ao desgaste • Resistência a tensão de corte

Na tabela 4 estão apresentadas as principais propriedades físicas e químicas das três ligas acima mencionadas.

Tabela 4: Principais propriedades físicas e mecânicas dos aços inoxidáveis, ligas de CoCr e titânio [1, 3-5, 7, 9, 24, 25].

	Aço inoxidável austenítico 316L	Ligas de CoCr (F75)	Ti6Al4V
Massa volúmica (g/cm ³)	8,0	8,3	4,43
Ponto de fusão (°C)	1375-140	1315-1345	1604-1660
Dureza (HV)	130-180	300-400	310
Tensão de rutura (MPa)	540-1000	758	930
Rp _{0,2} (MPa)	792	579	855
Extensão após rutura (%)	40	9	12
Módulo de elasticidade (GPa)	200	210	106
Resistência à fadiga (MPa) - tensão máxima ao fim de 10 ⁷ ciclos	250-320	207-310	290-500
Tenacidade à fratura (MPa√m)	100	100	107
Condutividade térmica a 20 °C (W/mk)	16,2	14,7	6,5
Coeficiente de expansão térmica entre 30-200 °C (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	15,9	14,1	8,6
Potencial de corrosão (mV), pH 7	-400	-391	-510

2.4 Implantes dentários

Um implante ou prótese é um componente artificial que tem como finalidade substituir uma parte em falta no corpo, tais como: braços, pernas, osso, veias, válvulas do coração, olhos artificiais e dentes. O termo implante pode ainda abranger dispositivos que melhoram o funcionamento de uma dada parte do corpo. A especialidade médica que trata dos implantes é denominada de Implantologia [26].

O método para a aplicação de implantes pode variar consoante a situação e o paciente, no entanto tem que seguir certos parâmetros na sua conceção, tais como:

- Identificação do problema;
- Definição do problema;
- Definição dos objetivos de *design*;
- Procura de informação;
- Desenvolvimento de um *design* racional;
- Soluções alternativas;
- Avaliação de alternativas;
- Decisão e comunicação da solução [27].

Os implantes são pensados, escolhidos e colocados com a preocupação principal de melhorar a qualidade de vida do paciente, devolvendo-lhe uma funcionalidade perdida, dando também importância à qualidade estética. Um implante perfeito é aquele que substitui na perfeição a funcionalidade do osso ou órgão e restitui por completo a aparência física do paciente [28].

Ao longo dos últimos tempos, os implantes têm apresentado várias evoluções ao nível do desenho, do material com que são fabricados e das suas características, nomeadamente as da superfície. Hoje em dia, são inúmeros os tipos de implantes em comercialização, com diferentes características físicas, mecânicas e químicas [29].

No caso dos implantes dentários, sob o ponto de vista biomecânico comportam-se de forma diferente relativamente aos dentes naturais já que, contrariamente ao que se observa com estes, estão ancorados ao osso, de forma rígida, numa fixação do tipo anquilose [30, 31].

A topografia da superfície, tem sido considerada, na última década, como o fator mais importante para o sucesso da osteointegração. Corresponde às características da superfície e delas depende, diretamente, a interação célula implante, sendo importante para a obtenção de uma estabilidade secundária duradoura. Para além desta, também é importante considerar a macrotopografia do implante, que corresponde à sua forma ou desenho e que está fortemente relacionada com a transmissão das forças e tensões ao osso adjacente, sendo importante no alcance da estabilidade primária, tão necessária ao sucesso clínico [32-34].

2.4.1. Características dos implantes

Vários fatores desempenham um papel importante para o sucesso da osteointegração, nomeadamente as características da superfície dos implantes, quer físicas quer químicas, já que as reações que se observam durante a osteointegração, ocorrem nessa zona. Na

realidade, as células só contactam com a superfície do implante. A rugosidade e composição química têm sido das características dos implantes mais investigadas [16, 34, 35].

2.4.1.1 Propriedades topográficas

A rugosidade é uma das características dos implantes dentários que mais tem sido estudada. Desempenha um papel importante já que, com o seu incremento, se consegue aumentar consideravelmente, a área de superfície dos implantes e, desta forma, a área de contacto com o tecido ósseo [34, 36].

Atualmente, os implantes podem ser agrupados, quanto à sua rugosidade média (R_a), em quatro grupos: lisos, minimamente rugosos, moderadamente rugosos e muito rugosos, conforme se pode observar na tabela 5 [32]:

Tabela 5: Classificação dos implantes, de acordo com a sua rugosidade média (R_a) [32].

Textura do implante	R_a (Rugosidade média)
Lisos	<0,5 μm
Minimamente rugosos	Entre 0,5 e 1,0 μm
Moderadamente rugosos	Entre 1,0 e 2,0 μm
Muito rugosos	>2,0 μm

Contudo, não existe consenso relativamente a esta distribuição, podendo os implantes num estudo, serem considerados moderadamente rugosos e noutro, com o mesmo R_a , serem classificados como pouco rugosos [37].

Em relação às irregularidades, as superfícies dos implantes podem ser classificadas em isotrópicas ou anisotrópicas. As primeiras apresentam a mesma topografia independentemente da direção em que é efetuada a análise, isto é, sendo irregulares, não apresentam uma orientação específica e definida das irregularidades. É o caso da superfície dos implantes submetidos a jateamento e/ou ataque ácido. As segundas apresentam uma orientação das irregularidades bem definida, diferindo a sua rugosidade em função da direção em que é efetuada a análise. É o caso dos implantes maquinados [37, 38].

2.4.1.2 Propriedades físicas

Nas características físicas importantes nos implantes dentários incluem-se aspetos como a energia e a carga de superfície e a molhabilidade.

A energia de superfície representa o grau de ligações livres ou por preencher, existentes à superfície dos materiais. Estas ligações encontram-se disponíveis para estabelecerem pontes com outras estruturas ou materiais. Numa situação em que o material é colocado em contacto com um meio reativo, como é exemplo o ar, a água ou um meio

biológico, de imediato se estabelecem ligações entre os componentes atômicos de ambos os sistemas, com a conseqüente diminuição da energia de superfície do material. Esta reatividade dos materiais é uma das razões pela qual a composição química da superfície é, habitualmente, diferente da do núcleo [34, 39-41].

O titânio tem uma energia de superfície elevada o que favorece a adsorção de moléculas e proteínas. No entanto, esta é também a razão pela qual os implantes fabricados em titânio apresentam uma elevada afinidade para contaminantes, como por exemplo os carbonetos ou hidrocarbonetos, presentes no meio ambiente que, ao se ligarem à superfície, diminuem a sua energia de ligação [15, 34].

Em relação à carga de superfície, esta pode ser positiva, neutra ou negativa, e está relacionada com o facto de as superfícies conterem grupos funcionais, como por exemplo os grupos hidroxilo, que têm carga elétrica. É através destes grupos que se estabelecem as ligações com o meio envolvente, nomeadamente com as proteínas, que também têm carga elétrica. O somatório das cargas elétricas de todas as regiões do implante confere-lhe uma carga total. Hamdam et al. [42], num estudo de 2006, verificaram que superfícies de titânio, com carga positiva, favorecerem significativamente a adesão celular [42].

Por sua vez, a molhabilidade é a característica que determina o grau de contacto do material com os fluidos envolventes e depende fortemente da carga da superfície. É definida como a tendência de um fluido aderir ou espalhar-se preferencialmente sobre uma superfície sólida em presença de outra fase imiscível. É uma característica importante já que, a uma molhabilidade maior corresponde uma maior interação do material com o meio biológico envolvente. Superfícies com elevada molhabilidade são geralmente hidrofílicas [15, 16].

O ângulo de contacto de um material é uma forma prática de determinar a energia de superfície e a molhabilidade do material (figura 3).

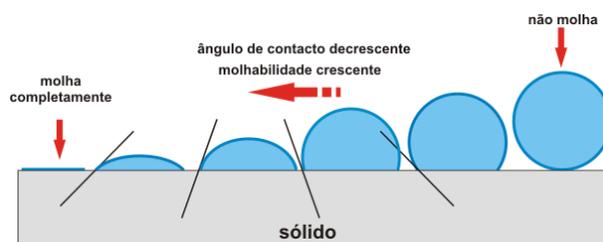


Figura 3: Ângulos de contacto. Um elevado ângulo de contacto corresponde a um material hidrofóbico (não molha) e um baixo ângulo de contacto corresponde a um material hidrofílico (molha) [43].

Características como elevadas energias de superfície e molhabilidade, baixos ângulos de contacto e superfícies hidrofílicas são características que favorecem a osteointegração. Por esta razão, a superfície da maioria dos implantes é hidrofílica, apresenta baixos ângulos de contacto e uma elevada apetência pelos fluidos biológicos [44, 45].

2.4.1.3 Propriedades químicas

A composição química da superfície dos implantes é influenciada pelos processos de fabrico nomeadamente pelos tratamentos e acabamentos a que podem ser submetidos. A superfície é extremamente sensível à contaminação exterior o que, habitualmente, confere uma composição química muito diferente à do núcleo do implante. Desempenha um papel importante e crucial na osteointegração, pois dela depende o estabelecimento das ligações com o meio envolvente [32, 34, 39-41].

No caso específico dos implantes fabricados por titânio comercialmente puro, o núcleo é formado por titânio e, em menores quantidades, por outros elementos, como o carbono, ferro e oxigénio. De acordo com a percentagem destes dois últimos elementos, pode-se classificar o titânio em quatro graus. Atualmente os mais utilizados são os de grau III e IV, sendo que o de grau IV é o que apresenta uma maior percentagem de oxigénio. A tabela 6 apresenta as percentagens relativas ao ferro e ao oxigénio presentes nos quatro graus de titânio comercialmente puro e na liga Ti6Al4V [17, 44, 46].

Tabela 6: Percentagem de ferro e oxigénio presente nos diferentes graus de titânio comercialmente puro e numa liga de titânio (% atómica) [17, 44, 46].

	Titânio comercialmente puro				Liga Ti6Al4V
	Grau I	Grau 2	Grau III	Grau IV	
Fe	0,02	0,03	0,03	0,05	0,25
O	0,18	0,25	0,35	0,40	0,13

A superfície é constituída maioritariamente por oxigénio e titânio que se forma devida à elevada reatividade do titânio, formando assim uma camada de óxido de titânio [41].

A composição química das superfícies desempenha um papel fulcral, ao potenciar a adsorção e retenção de macro-moléculas e a adesão de células, favorecendo a osteocondução e proporcionando uma melhor resposta biológica. São denominadas superfícies bioativas [34, 47].

Torna-se evidente que a resposta biológica dos tecidos, à colocação de implantes dentários e o sucesso da osteointegração são fenómenos complexos. Dependem de fatores físicos, como a topográfica da superfície do implantes e fatores químicos, como a composição química da superfície, local este onde ocorrem as interações com os tecidos biológicos [47, 48].

2.4.2 Tratamentos de superfície

Como referido anteriormente, a superfície dos implantes revela-se de extrema importância, já que é nesta zona que se estabelecem as ligações entre o material implantado e os sistemas biológicos. As interações entre os materiais e as células são condicionadas pela

forma como as proteínas aderem e se organizam à superfície do material. A adsorção proteica depende, por sua vez, da forma como, numa primeira fase, água, íões e biomoléculas se ligam a essa mesma superfície. Assim, as interações ocorridas ao nível atômico e molecular condicionam as interações observadas ao nível celular, sendo todas elas influenciadas pela topografia e pela composição química da superfície [49, 50].

Os primeiros implantes, utilizados por Bränemark e colaboradores foram desenvolvidos sem qualquer tipo de tratamento na sua superfície, eram fabricados por um processo de maquinagem, o qual resultava em implantes com uma superfície com rugosidade extremamente baixa. Atualmente, a sua utilização está praticamente colocada de lado, sendo que estudos experimentais comparando superfícies lisas e rugosas demonstram uma melhor resposta biológica para as últimas [50].

Os processos de alterações na superfície dos implantes podem ser realizados pelo método de adição, quando há a criação de irregularidade por adição de material, formando-se convexidades à superfície, ou subtração, quando os defeitos são produzidos por remoção de material, originando-se concavidades nas superfícies. As técnicas de subtração são tecnicamente mais simples de realizar e proporcionam superfícies com rugosidade mais uniforme e homogênea [50-52].

Os tratamentos podem ser de natureza mecânica, química ou bioquímica. Aos mecânicos pertencem técnicas como o corte, o polimento com lixas ou o jateamento das superfícies. Nos químicos incluem-se a imersão em soluções básicas ou ácidas, os métodos eletroquímicos e a deposição de substâncias à superfície, formando revestimentos. Por fim, aos bioquímicos pertencem os métodos que visam fixar, à superfície, biomoléculas, procurando aumentar a bioatividade das superfícies [34, 49].

A técnica mais utilizada, pela generalidade dos fabricantes, é o jateamento com diferentes tipos de partículas, de distintos diâmetros, sendo as mais utilizadas as partículas de óxido de alumínio, de óxido de silício e de óxido de titânio. Este jateamento é, normalmente, seguido de um acondicionamento da superfície com soluções ácidas, das quais se destacam as baseadas em ácido clorídrico, ácido sulfúrico ou ácido fluorídrico. A imersão em ácidos pode ser realizada em condições diversas, nomeadamente de temperatura, pressão e duração de tempo, fazendo com que implantes sujeitos a este tipo de procedimentos possam apresentar propriedades e comportamentos biológicos e clínicos distintos. O bombardeamento da superfície com spray de plasma de titânio foi igualmente utilizado, no entanto acabou por cair em desuso porque apesar da superfície apresentar um comportamento biológico melhor do que os outros, pelo menos numa fase inicial, apresentava uma rugosidade excessiva, espessura acentuada, menor homogeneidade do

revestimento e fragilidade da sua fixação o que conferia propriedades mecânicas mais fracas aos implantes [49-51, 53, 54].

O futuro desta área parece residir na possibilidade de aplicar dois ou mais tratamentos ao corpo de um mesmo implante, sendo o objetivo proporcionar diferentes graus de rugosidade, no mesmo implante, procurando desta forma, beneficiar das vantagens que cada um deles oferece [29].

2.4.3 Implantes customizados

Hoje em dia, acompanhando a evolução da tecnologia, as técnicas para criar modelos de implantes sofreram grandes alterações. Surgiram novas maneiras de produzir implantes com dimensões precisas e geometrias mais complexas. A engenharia inversa e o crescente constante desenvolvimentos das tecnologias de modelação a partir de imagens médicas obtidas pelas técnicas de Tomografia Axial Computorizada (TAC) e Ressonância Magnética (RM), entre outras, permitem a construção de modelos de estruturas anatómicas tridimensionais (CAD 3D) e criação de réplicas perfeitas da parte em falta através da cópia de um outro membro em boas condições ou mesmo através de uma base de dados [28, 55]. A vantagem destas técnicas na medicina é que fornecem uma estrutura tocável que os clínicos podem usar para examinar a anatomia específica do paciente e projetam procedimentos sem ter que inspecionar diretamente o paciente [56].

Com base nos modelos tradicionais, as tecnologias de fabricação aditiva têm sido usadas para construir modelos físicos cujas principais aplicações na área médica são:

- Treino cirúrgico;
- Planeamento pré-operatório;
- Fornecimento de orientações durante a cirurgia (guias cirúrgicas);
- Melhoria da qualidade do diagnóstico;
- Projeto de dispositivos de fixação osteo-integráveis;
- Fabricação de próteses à medida do paciente;
- Clarificação e esclarecimento do paciente/família e obtenção do consentimento para a intervenção [55].

Uma das áreas relacionadas com a medicina onde a impressão 3D tem sido alvo de inúmeros estudos é no fabrico de próteses à medida do paciente, dado que apresenta inúmeras vantagens: redução do tempo necessário para a execução do procedimento cirúrgico; redução do risco e sofrimento para o paciente; montagem mais eficaz, sendo aplicada diretamente na zona danificada sem necessidade de remoção de grande quantidade de osso saudável; reparação de grandes áreas afetadas (grandes vazios); fabricação de formas complexas e redução do número de revisões cirúrgicas [55].

2.5 Fabricação aditiva

A fabricação aditiva (FA) é a tecnologia que pode ser usada para construir modelos físicos e protótipos muito complexos, camada a camada, a partir diretamente do modelo CAD 3D. As tecnologias de fabricação aditiva podem ser usadas numa ampla gama de materiais (papel, plástico, metal e biomateriais), o que possibilita a sua aplicação em diferentes campos e que mostra o elevado potencial destas tecnologias [57].

2.5.1 Vantagens e desvantagens da FA

2.5.1.1 Liberdade de geometria

A grande vantagem da construção de um produto em camadas está na possibilidade de produção de peças complexas, cujas formas seriam impossíveis de conceber recorrendo a qualquer outro processo. As camadas, de espessura pré-determinada, são sobrepostas de forma ordenada até estar concluída a produção do elemento sólido. A inexistência de limites geométricos é a principal vantagem desta tecnologia [58].

A grande limitação da FA é a velocidade de fabrico, quando comparada com os processos mais convencionais. A escolha da FA para a obtenção de um determinado componente não dispensa a necessidade de atividades de acabamento secundárias como a remoção de suportes, que não estariam presentes nos processos mais convencionais. Desta forma, a escolha da FA para produção em série é, nos dias de hoje, bastante limitada em termos de rentabilidade uma vez que a obtenção de múltiplas peças envolve custos e tempo. Outra desvantagem desta tecnologia reside na limitação de tamanho que as suas peças apresentam [58, 59].

2.5.1.2 Eliminação de ferramentas

Escolhendo o processo adequado, é possível a obtenção de um produto sem qualquer recurso a ferramentas auxiliares na sua fase de construção graças à grande liberdade de geometria. Conforme já referido anteriormente, pode ser necessário recorrer a um determinado conjunto de operações de acabamento, no entanto depende apenas da aplicabilidade que o produto terá. Uma das grandes vantagens deste processo quando comparado com os seus concorrentes é possibilitar a produção de pequenos lotes, algo que a fundição ou a injeção não permite devido aos grandes custos que o fabrico de um molde implica [59].

2.5.1.3 Custos

A utilização desta tecnologia permite uma redução da quantidade de operários uma vez que a máquina tem a capacidade de uma vez iniciada, apenas terminar com o produto final. Porém, são necessários operários especializados e com formação e, dependendo do equipamento, com maior conhecimento técnico o que se pode traduzir num acréscimo de despesas. A possibilidade de se obter peças sem recorrer a subseqüentes operações permite também uma redução de custos [60].

É ainda importante de referir o preço das matérias-primas. Este pode variar consoante o material a ser utilizado, mas as tecnologias de FA requerem sempre uma quantidade significativa de *stocks*, algo que pode acrescentar mais custos ao processo. Por outro lado, como se trata de processos aditivos de material, poucos são os desperdícios, o que permite uma grande redução de custos quando comparado com processos mais convencionais [59].

2.5.2 Princípio de funcionamento

A figura 4 ilustra, esquematicamente, o princípio de funcionamento de FA.

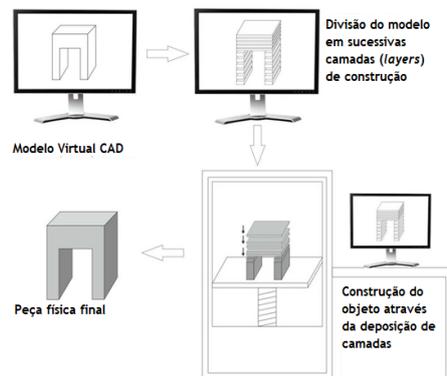


Figura 4: Princípio de funcionamento de FA [61].

De uma forma genérica, o processo pode ser dividido nas seguintes etapas:

- **Modelo CAD:** Representação tridimensional detalhada da geometria a ser criada;
- **Conversão para STL:** Formato de ficheiros reconhecido pelas máquinas de FA, projetando a geometria na forma de triângulos. Descreve as superfícies exteriores do modelo CAD e é a base para a projeção das camadas a serem realizadas;
 - **Manipulação do ficheiro STL:** As superfícies são convertidas em triângulos, sendo que quanto maior for o número de triângulos criados para a representação geométrica da superfície, maior será a precisão do processo, mas mais demorada será a sua execução.
- **STL para SLI:** Divisão do modelo em sucessivas camadas (*layers*) de construção. Na máquina de FA programa-se diferentes parâmetros, nos quais se destacam fonte de energia e potência, espessura da camada e tempo de produção;

- **Construção:** Obtenção da peça de forma quase totalmente otimizada. Apenas é necessário garantir a supervisão no que toca à gestão de *stocks* de materiais, entre outros parâmetros que possam sofrer variações. A remoção da peça da câmara de construção pode ser englobada nesta etapa, sendo necessário promover a remoção de suportes de construção, na maioria dos processos de FA.
- **Acabamentos:** A tecnologia de FA caracteriza-se, sobretudo, por não necessitar de grandes acabamentos superficiais. No entanto, é possível a realização de acabamentos superficiais como polimentos e maquinagem para garantir melhorias nas propriedades.
- **Aplicação:** No final de todas as etapas mencionadas, a peça poderá estar completamente funcional, no entanto pode estar dependente dos desejos do consumidor, poderá necessitar, por exemplo, de operações de pintura [59].

2.5.3 Fabricação aditiva de componentes metálicos

As tecnologias de FA podem ser classificadas essencialmente pela natureza da matéria-prima, bem como pelo mecanismo de ligação entre as camadas de material. Na FA de metais, são utilizadas matérias-primas em pó ou, raramente, em fios, são fundidas pela energia de um laser ou por um feixe de eletrões e é transformada, camada a camada, num sólido de praticamente qualquer geometria. Os processos mais utilizados de FA, e os que fornecem melhores propriedades mecânicas ao titânio são: o *Selective Laser Melting* (SLM) e o *Electron Beam Melting* (EBM). São processos que utilizam como matéria-prima pós metálicos [62].

Apesar dos diversos nomes, os vários processos de FA de metais compartilham basicamente a mesma abordagem: o ponto de partida é um modelo CAD 3D que é criado num computador, gerado por um *software* CAD ou obtido por engenharia inversa. O modelo é cortado virtualmente em camadas finas com uma espessura de camada típica de 20 μm - 1mm dependendo do processo de FA. Com base nesses dados, o modelo físico é construído pela deposição repetitiva de camadas únicas e fusão local do material por uma fonte de calor [62].

Tendo em conta a atividade experimental realizada e apresentada numa fase posterior, o processo de maior relevo é o SLM. No entanto, é importante apresentar uma explicação sucinta sobre o processo de EBM e uma comparação entre os dois.

2.5.3.1 *Selective Laser Melting* (SLM)

O SLM trata-se de um processo em que o material se encontra em forma de pó e é depositado na forma de finas camadas com uma espessura típica de 30 μm a 50 μm . Uma

primeira camada de pó é depositada na área de trabalho. Ocorre a fusão total dos pós metálicos recorrendo a um laser como fonte de alta energia para obtenção de um componente com densidade total ou muito próxima sem utilizar qualquer ligante intermediário ou tratamento de acabamento e, posteriormente, a próxima camada é depositada e repete-se o processo sucessivamente até à obtenção da peça final. O processo SLM é realizado numa câmara fechada na qual uma atmosfera de gás inerte é continuamente mantida para que o nível de oxigénio seja menor que 0,1%. Árgon ou azoto são alimentados na câmara para evitar interações indesejadas do pó metálico com o ambiente e para proteger o material fundido. A figura 5 representa, esquematicamente, o processo e o seu princípio de funcionamento [62-65].

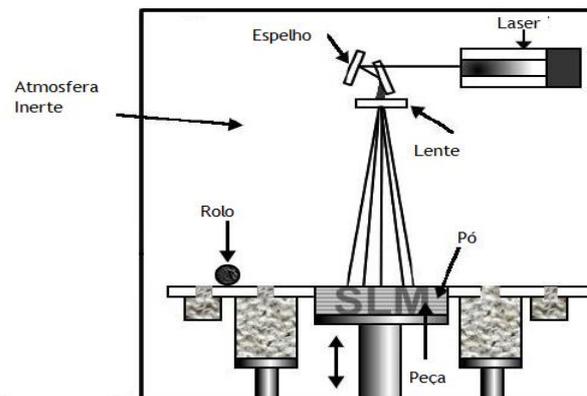


Figura 5: Esquema do processo de SLM [66]

Este processo possibilita a obtenção de componentes com precisão dimensional entre 40 μm a 80 μm , valor esse que pode ser melhorado por maquinagem e acabamentos posteriores à sinterização [65].

O produto final estará fixado a um disco de construção e, geralmente, conectada por suportes. Os suportes são estruturas finas e são necessários para a dissipação do calor e para a fixação da peça na cama de pó. Desta forma, a deformação da peça é evitada. Posteriormente, estes suportes precisam de ser removidos para finalizar a peça. Para além dos suportes, o pré-aquecimento da placa de construção pode ser usado para evitar a deformação das peças, diminuindo os gradientes térmicos, resultando numa redução das tensões residuais. Para o fabrico de peças de Ti6Al4V, as temperaturas típicas de pré-aquecimento são entre 200 °C e 500 °C [62].

De uma forma geral, é afirmado que o SLM é um processo de FA que, recorrendo a suportes e a pós sem serem afetados pela energia proveniente do laser, consegue produzir componentes com formas geométricas impossíveis de alcançar com processos convencionais e de forma mais rápida [67].

2.5.3.2 Electron Beam Melting (EBM)

No processo EBM, é criada uma cama de pó semelhante ao processo SLM. No entanto, em vez de utilizar um laser, serve-se de um feixe de eletrões como fonte de calor para fundir o pó. Contrariamente aos processos a laser, a utilização de um feixe de eletrões, obtidos por aquecimento de um filamento de tungsténio a altas temperaturas, como fonte energética responsável pela fusão total dos pós metálicos, permite uma alta eficiência energética (90%). A atmosfera de trabalho, em vácuo, potencia um ambiente livre de oxigénio que assegura a pureza do material utilizado e garante grande precisão do feixe de eletrões, uma vez que não há contacto por partículas do ar, e garante um bom isolamento térmico. A alta temperatura da câmara permite a redução de tensões residuais durante o processo, principal limitação do processo de SLM. A facilidade de obter diferentes potências caloríficas faz com que este processo possibilite a obtenção de componentes numa vasta gama de materiais [62, 68].

A figura 6 mostra, esquematicamente, uma máquina de EBM e os seus constituintes. O filamento é de tungsténio, é aquecido e emite eletrões que são acelerados até uma energia cinética de, aproximadamente, 60keV. Por sua vez, o feixe de eletrões é controlado por duas bobinas eletromagnéticas: uma lente magnética, responsável pela focalização do feixe até ao diâmetro desejado, e uma segunda lente responsável pela deflexão do feixe para a coordenada de construção. A corrente do feixe pode variar, de forma controlada, entre 1 a 50 mA e o seu diâmetro pode ser focado até valores de 0,1 mm. A espessura da camada depositada pode variar entre 0,05 a 0,2 mm sendo que esta sofre aquecimento duas vezes: a primeira passagem, a uma velocidade muito elevada, serve para aquecer os pós metálicos e a segunda, a uma velocidade inferior, para garantir a sua total fusão e união [60, 62, 68].

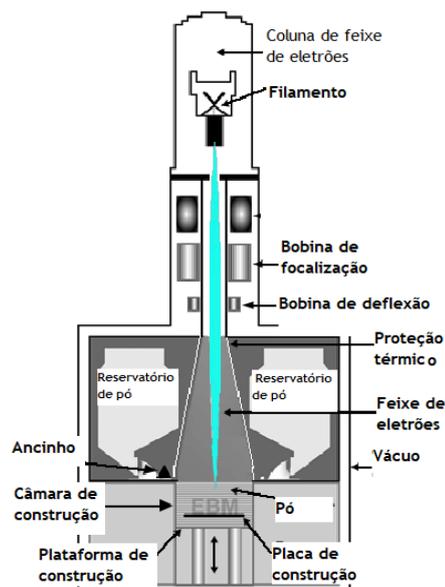


Figura 6: Esquema do processo de EBM [66].

2.5.3.3 SLM vs EBM

Uma comparação entre estes dois processos de FA para componentes metálicos, é fundamental na medida em que, para além do SLM ser o processo utilizado na atividade experimental, são os processos que, teoricamente, permitem obter densidades superiores na produção de componentes à base de Ti6Al4V e, desta forma, melhores propriedades mecânicas [69, 70]. É possível sintetizar as diferenças entre os aspetos técnicos característicos a cada processo na tabela 7.

Tabela 7: Principais diferenças entre SLM e EBM [71].

	SLM	EBM
Fonte de energia térmica	Laser	Feixe de eletrões
Atmosfera	Gás Inerte	Vácuo
Velocidade de varrimento	Limitada pela inércia do galvanómetro	Elevada, conduzida magneticamente
Custo energético	Elevado	Moderado
Acabamento superficial	Excelente a moderado	Moderado a fraco
Precisão dimensional	Excelente	Moderada

Geralmente, o processo de SLM é caracterizado por altas velocidade de varrimento e altos gradientes térmicos que potenciam altas taxas de arrefecimento. Estas, por sua vez, resultam na produção de componentes com microestruturas compostas por fases fora de equilíbrio que podem necessitar de tratamentos térmicos e mecânicos posteriores [70].

O processo de EBM utiliza como fonte energética um feixe de eletrões. A sua interação e penetração com a camada de pó depositada é superior aos processos que utilizam um laser como fonte de energia térmica. A sua câmara de trabalho, ao ser mantida a elevadas temperaturas, minimiza o aparecimento de tensões residuais e a formação de microestruturas fora de equilíbrio. Devido às altas intensidades energéticas do feixe de eletrões e superiores velocidades de varrimento, o processo de EBM é mais rápido do que o SLM [70, 72].

Em relação à qualidade superficial, esta desempenha um papel fundamental na resistência mecânica de uma determinada peça. Este aspeto proporciona o aparecimento de pontos de elevada concentração de tensões que são responsáveis pelo aparecimento e propagação de fendas, que podem comprometer a integridade da peça. A melhor qualidade superficial nas peças produzidas por SLM é justificada pela menor espessura de camada, velocidades de varrimento inferiores e tamanho de partículas inferiores. A velocidade de varrimento no processo de EBM é superior à do processo de SLM, esta diferença traduz-se na obtenção de produtos de forma mais rápida em troca de uma qualidade superficial inferior, obtendo-se um “efeito escada” mais pronunciado [70].

Quanto a aspetos microestruturais, estes estão dependentes das taxas de arrefecimento do processo utilizado que, em ambos os processos, SLM e EBM, são elevadas. No entanto, verifica-se, no caso de peças fabricadas por SLM, microestruturas martensíticas α' , em forma de agulhas. Estas são obtidas pela transformação das fronteiras de grão da fase β . Por sua vez, o processo de EBM permite a obtenção de uma microestrutura de Ti6Al4V diferente, composta pela fase α englobada nos grãos colunares de fase β orientados na direção de construção. A fase α é originada pelo arrefecimento da fase β pela temperatura *transus*. Como o processo de SLM apresenta uma taxa de arrefecimento na ordem dos 10^6 K/s, é de esperar que a fase β seja transformada em fase α . O processo de EBM, ao utilizar uma câmara de construção a uma temperatura de aproximadamente de 700° C (acima da temperatura de M_s - início da transformação martensítica), permite um arrefecimento isotérmico até esta temperatura, o que não potencia o início da transformação martensítica [70, 73, 74].

A presença de martensite é a responsável pela alta resistência mecânica e reduzido alongamento dos componentes obtidos por SLM. No entanto, este parâmetro pode ser melhorado através da aplicação de tratamentos térmicos que decompõem a martensite existente em fase α e β . Por sua vez, a resistência mecânica dos provetes obtidos por EBM é fortemente influenciada pelo tamanho da fase α : quanto maior a presença desta fase, menor será o comportamento mecânico destes. Esta fase é maioritariamente controlada pela temperatura de câmara de produção: um ligeiro aumento da temperatura pode provocar um aumento desta fase e, conseqüentemente, uma redução das propriedades mecânicas [70].

Perante as diferenças mencionadas acima e tendo em conta o investimento, e, principalmente a geometria dos implantes que irão ser fabricados e a importância do acabamento superficial, a Boneeasy optou pelo processo SLM, adquirindo uma máquina TruPrint 100 do fabricante Trumpf.

3. Materiais e métodos experimentais

A Boneeasy é uma empresa produtora de implantes individualizados que têm como objetivo a substituição dos dentes e de malhas customizadas para a regeneração óssea. O processo de fabrico aditivo utilizado é o SLM.

Este processo é realizado em ambiente controlado de partículas, sendo para tal usada uma sala limpa classificada como ISO 7 com um fluxo laminar descendente do fabricante AirKey.

3.1 Materiais e equipamentos

Para a produção dos implantes foi utilizado pó metálico de Ti6Al4V grau V, segundo a norma ASTM F136, cuja sua composição química está representada na tabela 8.

Tabela 8: Composição química do pó de Ti6Al4V grau V (%wt)

Ti	Al	V	O	N	H	Fe
Base	5,5 - 6,5	3,5 -4,5	< 0,13	< 0,05	< 0,012	<0,25

O equipamento SLM utilizado para a fabricação dos implantes do fabricante TRUMPF, e encontra-se representado na figura 7. O equipamento tem as dimensões de 1445 mm x 1680 mm x 730 mm e um peso de 650 kg.



Figura 7: Equipamento SLM utilizado para a fabricação de implantes dentários, TruPrint 1000

3.2 Métodos experimentais

3.2.1 Fabrico de implantes dentários por SLM

O processo inicia-se pelo desenho CAD, no programa Blender, do implante customizado a ser fabricado, conforme as figuras 8 e 9. O desenho do implante baseia-se em *templates*

dos implantes fabricados pela Boneeasy e são adaptados a cada paciente. Após o desenho CAD dos implantes, os ficheiros são guardados no formato STL.

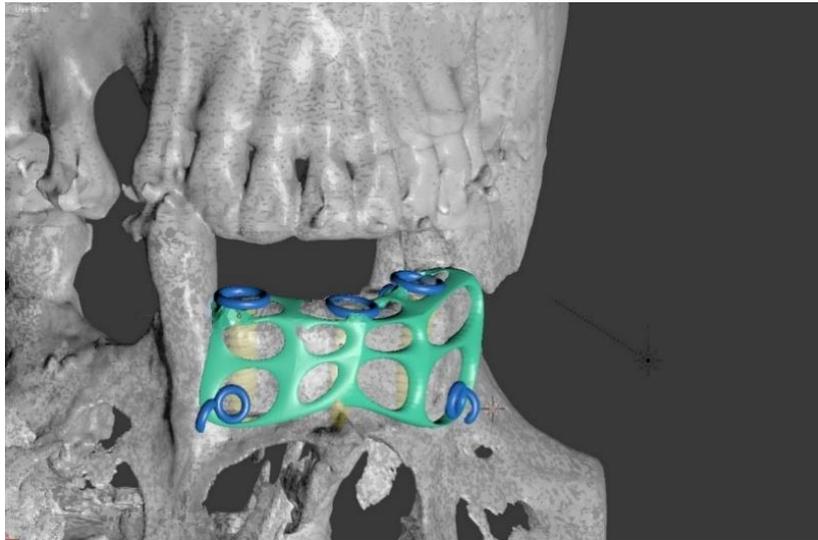


Figura 8: Desenho CAD de uma malha, Mesh4U

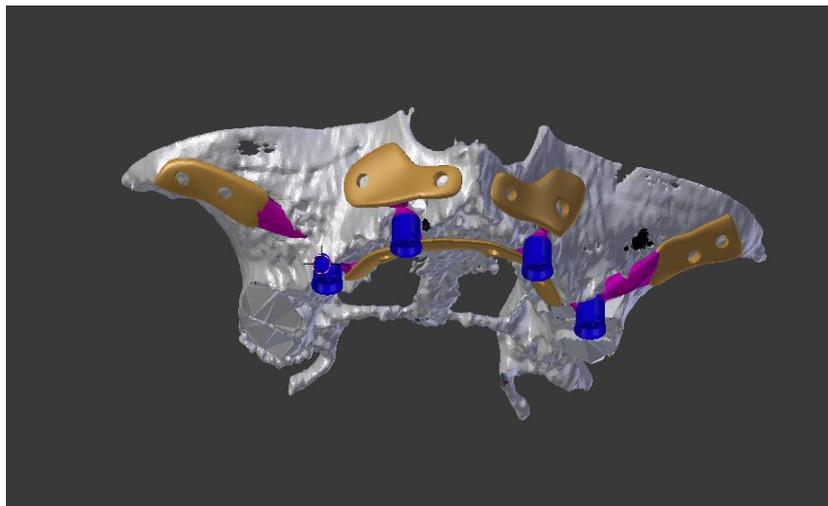


Figura 9: Desenho CAD de um implante, Implantize Total Hybrid

Após a obtenção do ficheiro STL, prossegue-se à utilização do programa 3Shape Cambridge que transforma o ficheiro STL em ficheiro CAM e prossegue com a transformação automática dos ficheiros nas condições de fabrico da máquina STM, define as camadas e as trajetórias do laser de forma automática e automatizada. No disco virtual metálico, que funcionará mais tarde como suporte das peças produzidas, coloca-se o número de implantes que se pretende fabricar, assim como a posição dos mesmos. O programa coloca automaticamente os suportes das peças. A figura 10 representa o disco virtual e os implantes colocados pelo programa.

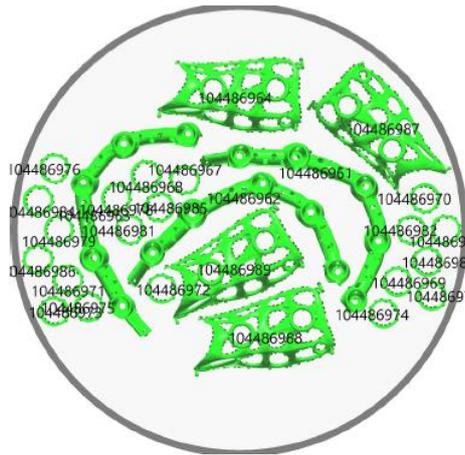


Figura 10: Implantes colocados no disco virtual de fabricação no programa 3Shape Cambridge

O processo produtivo tem como elemento base o pó Ti6Al4V, sendo crítico o momento em que se encontra exposto ao ar, uma vez que o Ti é um material altamente reativo. Existem 4 etapas diferenciadas:

1. Peneiração e secagem do pó
2. Impressão 3D do metal
3. Tratamento térmico
4. Corte dos suportes e pré polimento
5. Polimento final

1 - Peneiração e secagem de pó

A peneiração é o primeiro passo do processo. O pó é vertido para o primeiro peneiro, o equipamento inicia o seu funcionamento durante 5 minutos até a totalidade do pó ser peneirada, sendo o pó final (inferior a 45 µm) vertido para um coletor final de pó. A secagem é feita imediatamente antes de se iniciar o processo de impressão, sendo que o pó tem que estar dentro da estufa à temperatura de 200° durante 1 hora, para que ocorra uma secagem completa do mesmo.

2 - Impressão 3D do metal

Depois de descarregado, o fichero segue o documento de protocolo de utilização da máquina. A impressão dos implantes demorou um total de 3,5 horas e os parâmetros utilizados estão descritos na tabela 9.

Tabela 9: Parâmetros do processo SLM

Energia do Laser	Velocidade de construção	Espessura de camada	Número de camadas	Gás inerte
90 W	500 mm/s	25 µm	700	Árgon

As peças são então fabricadas sobre um disco de titânio, dentro da câmara de fabricação. Este disco pode ser reutilizado posteriormente para fabricações futuras. Quando

o processo de impressão é finalizado, é necessária a colocação de roupa de proteção, uma vez que os procedimentos são executados em sala limpa, é retirado o pó sobrando e a máquina é limpa com o aspirador adequado.

3- Tratamento térmico

Os discos metálicos são colocados no forno e sofrem um tratamento térmico, com o seguinte ciclo térmico (figura 11): taxa de aquecimento de $17,3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, estágio durante 15 minutos a uma temperatura de $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ e arrefecimento lento no forno com uma taxa de arrefecimento de $2,7\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

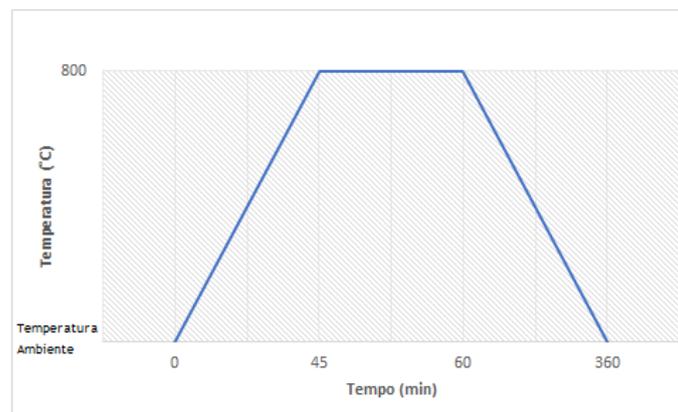


Figura 11: Ciclo térmico para o tratamento térmico após fabricação SLM

O principal objetivo dos tratamentos térmicos após o processo SLM é reduzir tensões internas e aumentar a ductilidade. Devido ao alto gradiente térmico induzido pelo feixe de laser combinado com alta taxa de solidificação, a microestrutura resultante contém fases de não-equilíbrio, o que não é aceitável para aplicações industriais convencionais. Sabendo que as respostas mecânicas do material são altamente influenciadas pela microestrutura, é fundamental controlar a microestrutura enquanto a peça está a ser fabricada (no caso do SLM não é possível) ou propor tratamentos térmicos pós-fabricação para restaurar totalmente as microestruturas, tornando-as estáveis e homogêneas [75].

4 - Corte dos suportes e pré polimento

Os discos que saem do forno e que servem de suporte para os implantes metálicos, são transportados para o equipamento de corte, onde os suportes serão cortados com um micromotor e discos de Carburundum. De seguida faz-se um polimento das arestas com pontas de silicone com diamante, o suficiente para que o processo de polimento seja eficaz. No disco de fabricação devem ser retirados os pinos de suporte ao mais baixo nível possível das peças para que depois possa ser polido com um esmeril e, desta forma, poder ser reutilizado.

5 - Polimento

O polimento dos implantes foi realizado num equipamento de polimento, de forma a eliminar rugosidades e texturas indesejadas na superfície dos implantes, denominado CF 1x18-I OHNE SIEBEINRICHTUNG, do fabricante OTEC representado na figura 12.



Figura 12: Equipamento utilizado para polimento

Este processo trata-se de um polimento húmido por vibração e inclui duas etapas: desbaste e acabamento. Por sua vez, o desbaste divide-se também em duas etapas, sendo estas realizadas com diferentes agentes moentes de abrasão. A etapa do desbaste elimina a rugosidade resultante do processo SLM, enquanto a fase do acabamento dará à superfície um aspeto espelhado. Os parâmetros do processo de polimento estão descritos na tabela 10.

Tabela 10: Etapas do processo de polimento

	Agentes moentes de abrasão	Tempo (min)	Velocidade (rotações por minuto)	Composto (%)	Solução (Do fabricante OTEC)
Desbaste	Cerâmica (forma de estrela) 	120	270	30	SC 15 com concentração de 3%
	Plástico (forma de cone) 	120	280	50	SC 15 com concentração de 3%
Acabamento	Cerâmica (forma cilíndrica) 	60	240	40	SC 5 com concentração de 3%

3.2.2 Tratamento de superfície dos implantes

Após o fabrico dos implantes, estes sofrem um tratamento denominado de *Sandblast and acid-etched* (SLA), que consiste num jateamento das peças com partículas de alumina, com um tamanho de 150 μm a uma pressão de 4 bar e, posteriormente, num ataque químico.

O principal objetivo do SLA é a criação de topografia, sendo o jateamento com partículas de alumina responsável pela macrorugosidade no implante e o ataque ácido responsável pela microrugosidade. Diversos estudos clínicos demonstraram que a superfície de titânio SLA era, por si própria, eficiente para melhorar a capacidade de osseointegração, com uma consequente boa fixação do osso ao implante. No entanto, está comprovado que o aumento da rugosidade dos implantes aumenta a adesão de proteínas e posterior adesão celular, conduzindo a um processo de regeneração óssea mais rápido [16, 32, 50, 76-78].

O tratamento de jateamento dos implantes dentários foi realizado com um equipamento de *Twin Pen Sanblaster* e está representado na figura 13.



Figura 13: Equipamento utilizado para jateamento

O tratamento químico foi realizado segundo as condições descritas na tabela 11, e apenas foi realizado nas faces que estarão em contacto com o osso.

A primeira lavagem com H₂O tem como principal função a eliminação das partículas de alumina que possam ter ficado aderidas na superfície dos implantes devido ao jateamento. Quanto ao ataque com ácido, utilizou-se o ácido fluorídrico pois este é possível adquirir em forma de gel, que facilita a sua utilização nas geometrias complexas dos implantes. A lavagem com a acetona permite a desnaturação proteica à superfície dos implantes e o etanol ajuda na secagem das peças.

Tabela 11: Etapas do tratamento químico SLA

<i>Etapa</i>	<i>Tempo (s)</i>
<i>Lavagem em H₂O</i>	180
<i>Ácido fluorídrico (10%)</i>	480
<i>Lavagem em H₂O</i>	180
<i>Lavagem em Acetona</i>	180
<i>Lavagem em H₂O</i>	180
<i>Lavagem em Etanol (96%)</i>	180

Todas as lavagens acima descritas foram realizadas num equipamento de ultrassons.

3.2.3 Análise Granulométrica

A análise granulométrica foi realizada com o objetivo de caracterizar o pó inicial de Ti6Al4V e determinar a sua distribuição de tamanho das partículas. O equipamento utilizado foi um tensiómetro da marca TETHA modelo TETHA LITE 100. O *software* utilizado associado ao equipamento e que permitiu a aquisição dos resultados foi o OneAttention. A análise foi feita em duplicado. A análise foi realizada no Departamento de Engenharia Química na Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto.

3.2.4 Análise de rugosidade superficial

Com o objetivo de averiguar a qualidade superficial gerada pelos diferentes processos utilizados para o fabrico dos implantes, assim como os tratamentos químicos e mecânicos realizados, foi realizada uma análise da rugosidade na superfície de cada tipo de amostra, de acordo com os diferentes tratamentos que sofreu: tratamento de jateamento com partículas de alumina, SLA, e, para comparação, amostras que não sofreram qualquer tratamento. As amostras utilizadas estão representadas na figura 14.

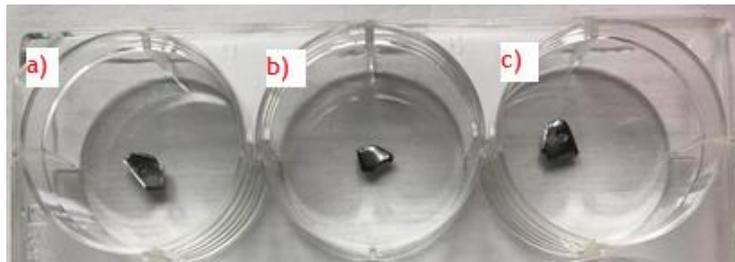


Figura 14: Amostras utilizadas para análise de rugosidade: a) Jateamento; b) SLA; c) Sem tratamento

As medições foram realizadas no CETRIB - Unidade de Tribologia e Manutenção Industrial do INEGI, utilizando um perfilómetro mecânico, da marca HommelWerke, T8000 (figura 15). O comprimento da zona medida foi de 1,3 mm, tendo sido utilizado um filtro *cut-off* de 0,25 mm. Foi utilizado um apalpador TK300 com um raio de ponta de 5 μm e um ângulo de 90°. A determinação dos parâmetros de rugosidade é realizada pelo equipamento de acordo com as normas DIN4762, DIN4768, DIN4776 e ISO 25178. Os perfis de rugosidade apresentados ao longo do trabalho são do tipo R (DIN4777). Foram efetuadas 3 medições em cada amostra, de forma aleatória.



Figura 15: Perfilômetro mecânico HommelWerke T8000, INEGI

3.2.5 Análise microestrutural

De modo a se poder determinar a influência de todos os processos utilizados para a fabricação dos implantes (Processo SLM, tratamento térmico após fabrico SLM, polimento, jateamento com partículas de alumina e SLA) na microestrutura das amostras, foi realizada uma preparação metalográfica e, posteriormente, uma análise da microestrutura com recurso a microscopia eletrónica de varrimento.

3.2.5.1 Preparação metalográfica

As amostras foram cortadas aleatoriamente com o recurso a uma guilhotina.

Devido ao tamanho reduzido das amostras (figura 16), estas tiveram que ser montadas a quente em resina fenólica (figura 17) de modo a facilitar o polimento.

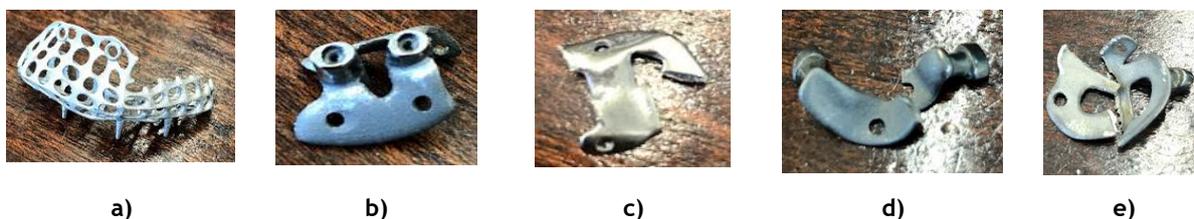


Figura 16: Amostras utilizadas para análise microestrutural: a) Após fabrico SLM; b) Após tratamento térmico; c) Polida; d) Jateamento com partículas de alumina; e) SLA

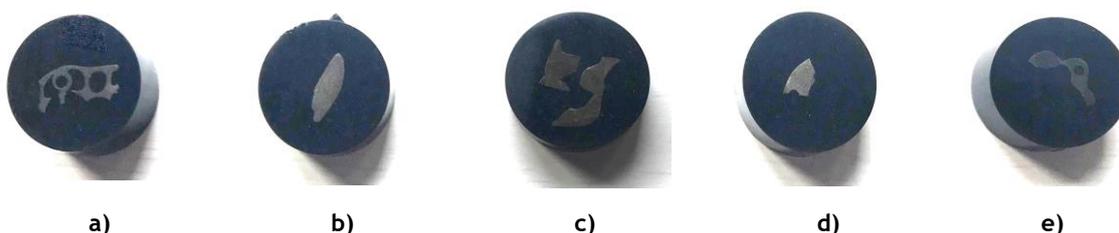


Figura 17: Amostras montadas em resina fenólica: a) Após fabrico SLM; b) Após tratamento térmico; c) Polida; d) Jateamento com partículas de alumina; e) SLA

Seguidamente deu-se início ao processo de preparação metalográfica. Todas as amostras foram submetidas a um desbaste húmido na sequência de lixas de 180 mesh, 320

mesh, 600 mesh e 1000 mesh. Após o desbaste prosseguiu-se para o acabamento, e utilizou-se uma lixa de 4000 mesh e panos com suspensão de diamante de 6 e 1 μm , respetivamente. Este acabamento levou à obtenção de uma superfície espelhada e isenta de riscos, o que permitiu a posterior análise da microestrutura.

Com recurso à bibliografia [79] , preparou-se uma solução de Keller's composta por 0,5 mL de HF, 1,5 mL de HCl, 2,5 ml de HNO₃ e 95,5 mL de água destilada e procedeu-se ao ataque das amostras durante aproximadamente 30 segundos de forma a se revelar a microestrutura.

3.2.5.2 Microscopia eletrónica de varrimento

A análise de SEM / EDS foi realizada com o intuito de analisar microestruturas de todas as amostras, a topografia da superfície das amostras que sofreram tratamentos de superfície e, com a análise EDS, verificar os elementos presentes nas amostras. Esta análise foi realizada no Centro de Materiais da Universidade do Porto, utilizando o Microscópio Eletrónico de Varrimento, de alta resolução (Schottky): Quanta 400FEG ESEM / EDAX Genesis X4M.

As amostras utilizadas para estudar a microestrutura, por estarem montadas em resinas fenólica, foram revestidas com filme fino de carbono, por vaporização, utilizando o equipamento JEOL JEE - 4X Vacuum Evaporator

3.2.6 Ensaios de microdureza

Foram realizados ensaios de microdureza a cada amostra num durómetro DURAMIN (figura 18), no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais na Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto. Para a realização do ensaio, recorreu-se à norma NP EN ISO 6507-1 2011 e utilizaram-se cargas de 0,05 N para um tempo de aplicação de 15 segundos. Foram realizadas 30 identificações em cada amostra de forma aleatória. Os valores das durezas foram gerados automaticamente pelo equipamento.

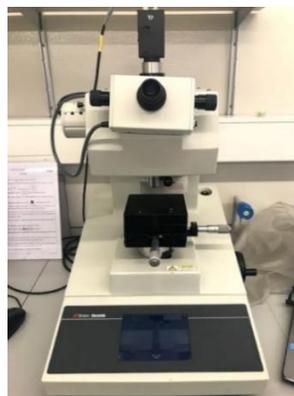


Figura 18: Durómetro DURAMIN, DEMM-FEUP

4. Resultados e discussão

4.1 Impressão 3D das peças obtidas

Os implantes obtidos segundo os parâmetros apresentados anteriormente, demoraram cerca de 3,5 horas a ser fabricados e estão representados na figura 19, no disco de fabricação e os respetivos suportes. Tal como projetado, foram fabricados sete implantes customizados.



Figura 19: Disco de fabricação com os implantes e os respetivos suportes

4.2 Análise Granulométrica

A distribuição granulométrica do pó de Ti6Al4V está representada na figura 20, e uma imagem SEM das partículas está apresentada na figura 21.

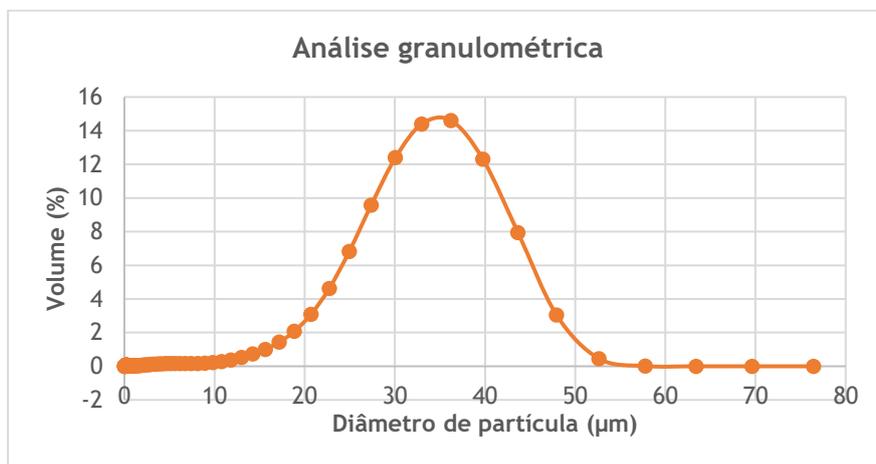


Figura 20: Distribuição granulométrica do pó de Ti6Al4V

A partir da análise do gráfico pode-se observar um volume maior de partículas com tamanhos entre os valores de 10 a 55 μm . O valor médio de tamanho de partícula é de 32,52 μm e a mediana é de 33,61 μm . Segundo a bibliografia [20, 74, 80], esta é uma distribuição granulométrica típica e usada em trabalhos anteriores em que a distribuição estava compreendida entre 5 - 50 μm , 15 - 50 μm e ainda uma distribuição de partículas com

tamanho médio de 33,8 μm . Bochuan Liu et al [81] observaram o efeito da distribuição do tamanho das partículas nas propriedades mecânicas das peças, incluindo: densidade, rugosidade superficial e resistência à tração, sendo que utilizaram uma distribuição granulométrica mais estreita (15 - 60 μm) e uma outra mais alargada (1 - 60 μm). Verificaram que as peças fabricadas a partir da distribuição de tamanho mais estreita tinham uma maior resistência à tração e maior dureza, enquanto as peças obtidas com a distribuição de tamanho mais alargada tinham maior densidade e menor rugosidade superficial. Da mesma forma, A.B. Spierings et al [82, 83], descobriram que a distribuição do tamanho de partículas determina a densidade das peças obtidas e, portanto, tem um grande impacto nas propriedades mecânicas. Em específico, pós mais finos estavam correlacionados com superfícies mais lisas, enquanto aqueles que tinham partículas maiores apresentavam maiores alongamentos durante os ensaios de tração. Simchi [84] também estudou o efeito de diferentes distribuições de tamanho de partícula de ferro em pó nas propriedades de peças fabricadas por SLM. Verificou-se que o tamanho das partículas possuía um efeito sobre a porosidade das peças, tendo sido demonstrado que uma distribuição granulométrica com uma média de tamanho de partícula de 29 μm , revelou como a mais favorável para produzir peças com densidade maior.

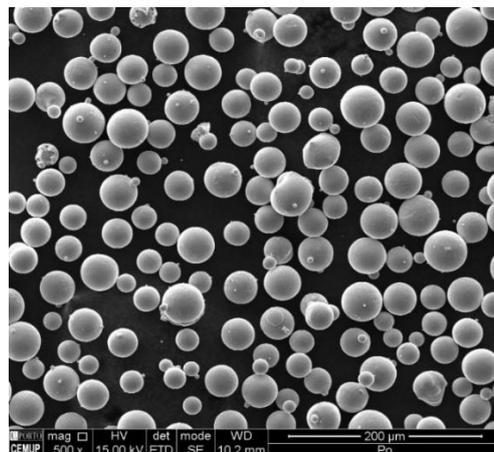


Figura 21: Imagem SEM do pó inicial de Ti6Al4V

Através da análise da imagem, consegue-se observar que, em geral, as partículas apresentam uma forma esférica bem definida. O tamanho das partículas não é o único fator morfológico quando se procura obter peças de alta densidade por meio de FA; para além desta variável, é também preciso ter em atenção a forma das partículas. Embora se reconheça que a forma das partículas influencia as propriedades da peça, os efeitos exatos dessa característica inicial do pó em componentes fabricados por FA ainda não são totalmente compreendidos. Por forma a estudar essa correlação, Strondl et al. [65] estudaram o efeito da forma da partícula na fluidez do pó tanto no processo de SLM como

no EBM. Foi determinado que uma forma de partícula mais esférica produzia menos atrito interno no pó, permitindo que fosse mais facilmente depositado para obter densidades de camada mais elevadas. Ao reciclar continuamente o pó e acompanhando as suas características após a reutilização, também foi descoberto que até mesmo pequenas mudanças no aspeto das partículas podem alterar drasticamente o comportamento do fluxo e degradar as propriedades das peças fabricadas.

O resultado do estudo acima mencionado confirma que os processos de FA fabricados por camadas sobrepostas de pó podem ser muito sensíveis à existência de partículas de forma irregular, uma vez que afetam diretamente como as partículas interagem e fluem. Portanto, partículas altamente esféricas com superfícies lisas são desejadas, já que estas são conhecidas por fornecer a menor quantidade de atrito entre as partículas, o que equivale a melhores características de fluidez. Consequentemente, nos processos de fabricação FA à base de pós, a maior parte do pó utilizado é esférico, embora seja importante notar que o grau de esfericidade depende do processo de fabricação do pó. Existem dois processos de fabrico dos quais se consegue obter pós em formas esféricas: atomização a gás e atomização a plasma, e seguem os seguintes princípios: no primeiro, o processo consiste num sistema de fundição que realiza a fusão da matéria-prima num forno de indução sob ambiente controlado onde as ligas são fundidas, refinadas e desgaseificadas. O fundido é vertido através de um sistema de cadinho num bocal de gás, onde a corrente de material fundido é desintegrada pela energia cinética de um fluxo de gás inerte em alta pressão; para o segundo, um fio de titânio é usado como material inicial. O fio é introduzido numa câmara, na qual é fundido por tochas de plasmas, num ambiente de gás inerte de baixo vácuo. As tochas fundem e atomizam o fio numa única etapa e evita, assim, o uso de banhos de metal fundido. Apesar da atomização a plasma conseguir formar partículas extremamente esféricas, em comparação com a atomização a gás, é de custo bastante elevado e, portanto, a segunda é mais utilizada [85-88].

4.2 Caracterização da superfície dos implantes

4.2.1 Análise por Microscopia Eletrónica de Varrimento

De forma a se caracterizar o efeito do tratamento de superfície nos implantes (amostras c), d) e e) da figura 17), estes foram observados com diferentes ampliações, variando entre 500x e 2000x. A análise EDS permitiu identificar os elementos presentes nas amostras.

A observação direta da superfície de todas as amostras permitiu concluir que apresentavam superfícies bastante distintas, sendo a amostra polida a que melhor se

distingue. A amostra polida (figura 22 e 23) apresenta uma superfície aparentemente lisa, com a presença de alguns riscos atribuídos ao processo de polimento.

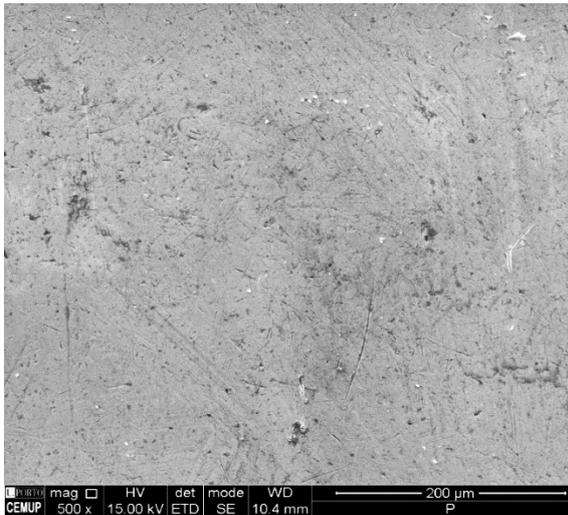


Figura 22: Imagem SEM da amostra polida, elétrons secundários, 500x

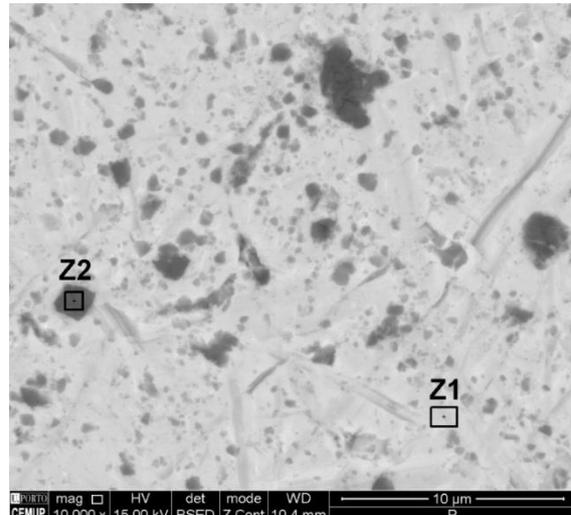


Figura 23: Imagem SEM da amostra polida, elétrons retrodifundidos, com as zonas analisadas por EDS representadas, 10000x

Com a análise EDS (figura 24) constatou-se a presença dos elementos de liga (Z1). O gráfico da análise EDS da zona 2 (Z2), revelou a presença de partículas de alumina (figura 25).

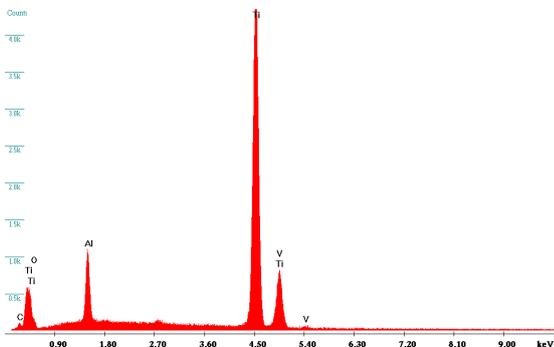


Figura 24: Análise EDS da zona Z1 da amostra Polida

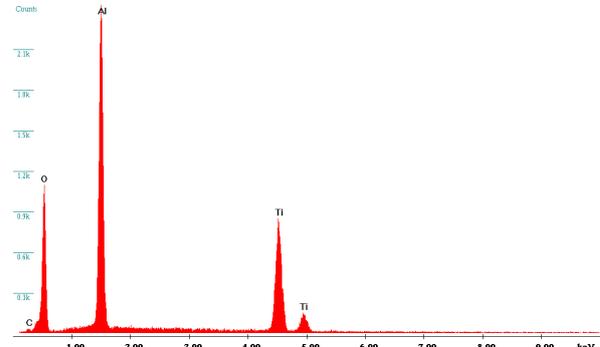


Figura 25: Análise EDS da zona Z2 da amostra Polida

Comparando as amostras de teste com a superfície inalterada (polida) podemos microscopicamente observar o seguinte:

- A amostra jateamento apresenta uma superfície irregular, com aspeto não homogêneo, sendo formada por protuberâncias e crateras evidentes (figura 26);
 - A análise EDS (figura 28 e 29) identificou na zona 1 (Z1) os elementos da liga utilizada (espectro semelhante ao da figura 24), na zona 2 (Z2) identificou partículas de alumina encrostadas na superfície (espectro semelhante ao da

figura 25) e, na zona 3 (Z3, figura 28), metal duro (carboneto de tungstênio (WC) e cobalto (Co) que é usado como ligante) proveniente da ponta de jateamento do equipamento utilizado, que é revestida por metal duro e é consumível. As zonas estão representadas na figura 26;

- Constatou-se ainda a presença de partículas de alumina um pouco por toda a superfície, como se pode ver na figura 27 onde estas partículas correspondem às zonas mais escuras, enquanto o metal duro aparecia em zonas localizadas (zonas brancas);
- A amostra SLA apresenta, a uma ampliação menor (figura 30), uma superfície aparentemente similar à amostra anterior, no entanto, a ampliações maiores (figura 31 e 32) é possível identificar uma superfície com irregularidades do tipo depressão/elevação, uma morfologia semelhante a um favo de mel, típica deste tratamento [78];
 - A análise EDS permitiu constatar a presença de partículas de alumina (Z2, espectro semelhante ao da figura 25), mas já não se encontra metal duro, o que sugere que as lavagens realizadas não foram eficientes para a eliminação das partículas, mas, no entanto, foram eficientes para eliminar o metal duro. A análise da zona 1 (Z1) revelou a presença dos elementos da liga e encontra-se no Anexo A. As zonas analisadas estão representadas na figura 33.

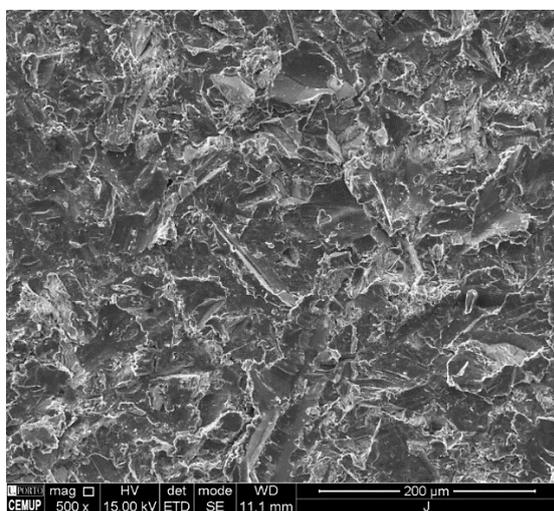


Figura 26: Imagem SEM da amostra Jateamento, elétrons secundários, 500x

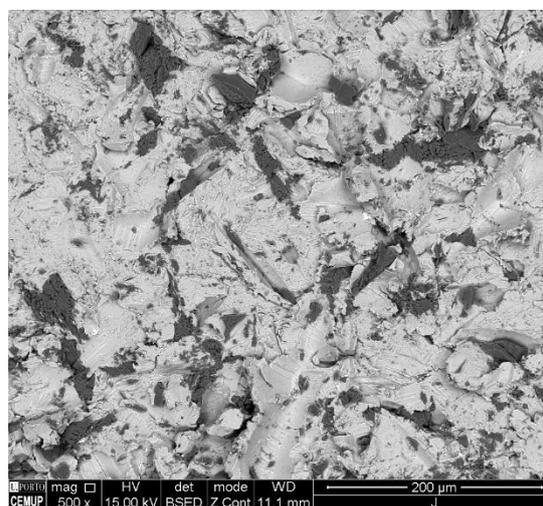


Figura 27: Imagem SEM da amostra Jateamento, elétrons retrodifundidos, 500x

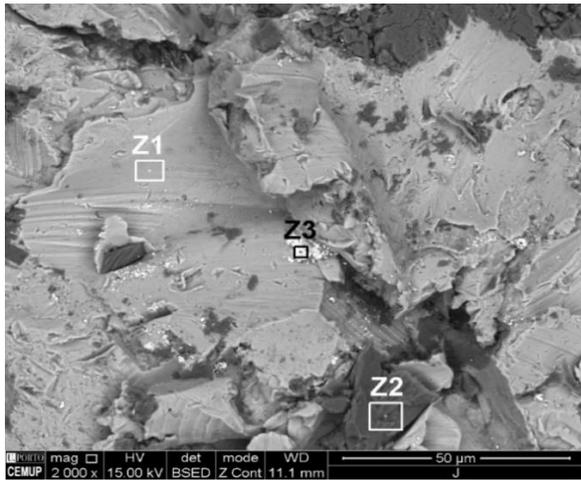


Figura 28: Imagem SEM da amostra Jateamento, elétrons retrodifundidos, com as zonas analisadas por EDS representadas, 2000x

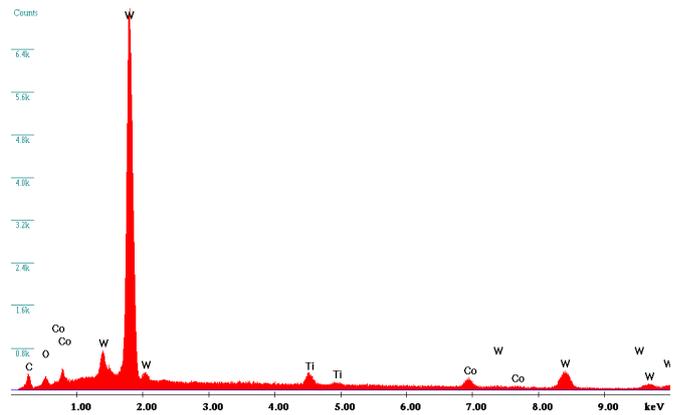


Figura 29: Análise EDS da zona Z3 da amostra Jateamento

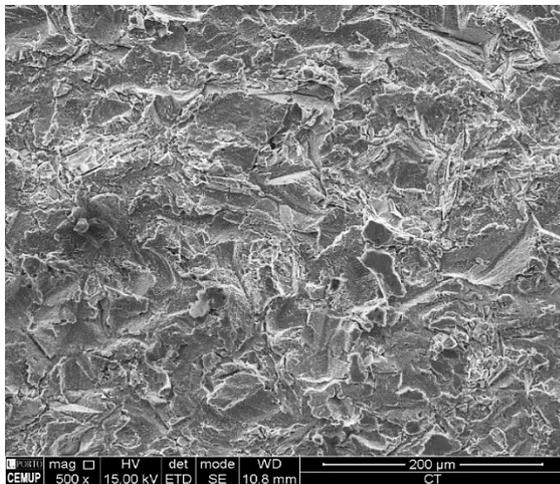


Figura 30: Imagem SEM da amostra SLA, elétrons secundários, 500x

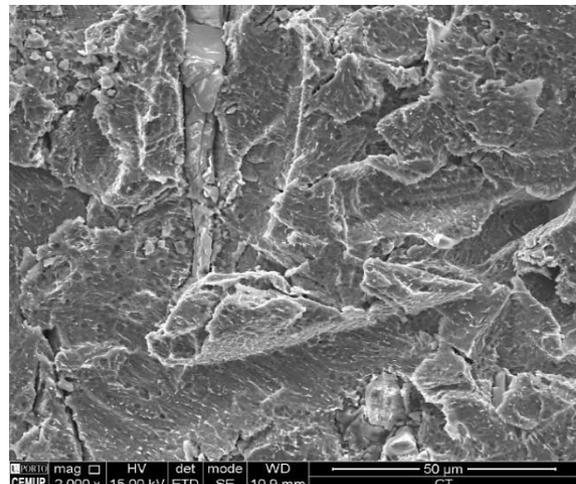


Figura 31: Imagem SEM da amostra SLA, elétrons secundários, 2000x

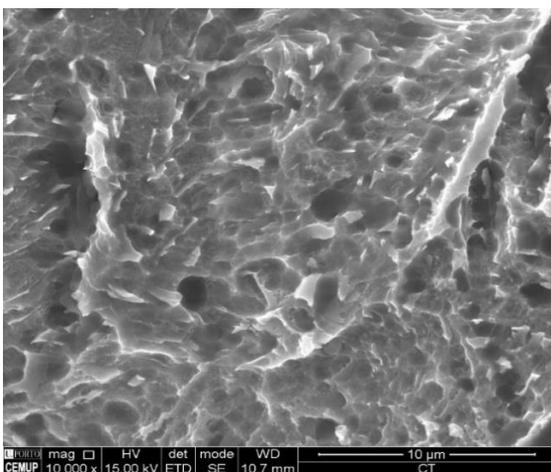


Figura 32: Imagem SEM da amostra SLA, elétrons secundários, 10000x

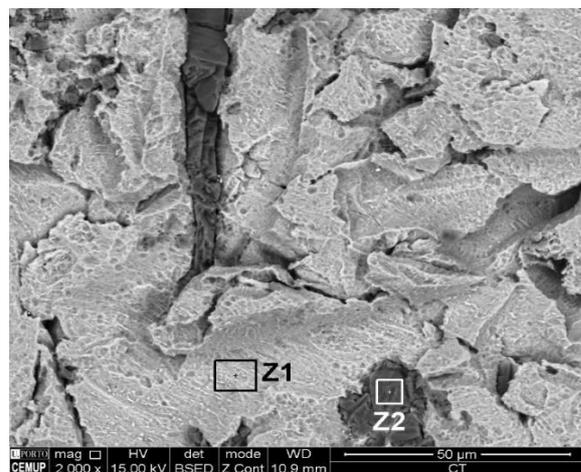


Figura 33: Imagem SEM da amostra SLA, elétrons retrodifundidos, com as zonas analisadas por EDS representadas, 2000x

Na implantologia, o tratamento de SLA é bastante usado para criar rugosidade na superfície dos implantes para melhorar a osseointegração, embora existam fortes preocupações em relação ao impacto de fragmentos de alumina incorporados nas superfícies na osseointegração. Devido à sua elevada dureza (2000 HV), as partículas de Al_2O_3 apresentam enormes desvantagens do ponto de vista mecânico para as superfícies do implante porque podem, eventualmente, levar ao desgaste da interface osso-implante [89]. M. Rügger et al [89], estudaram o efeito de um tratamento de superfície na remoção das partículas de alumina da superfície dos implantes. Após tratamento SLA, as partículas foram mecanicamente removidas por jateamento com partículas de CO_2 congelado, propelidas por ar comprimido purificado. Verificaram que com este tratamento, conseguiram reduzir a quantidade de partículas de alumina até 96%. Numa outra abordagem, Youssef S. Al Jabbari et al [90], analisaram o efeito das condições do jateamento na retenção de partículas de alumina na superfície de ligas utilizadas em implantes dentários. Verificaram que a seleção de tamanho de partícula de 250 μm e pressão de aplicação de 0,30 MPa, proporcionou a menor retenção de fragmentos de alumina na superfície. Uma outra solução para este problema poderia ser mudar o tratamento ácido. Youneng Xie et al. [78], estudaram a influência de tratamentos de SLA na morfologia e topografia da superfície de implantes de titânio. Após jateamento com partículas de alumina com diâmetros de partícula entre 250 - 500 μm) a uma pressão de 3 atm, realizaram o seguinte tratamento: as amostras jateadas foram pré-tratadas numa mistura de HNO_3 e HF e subsequentemente atacados com uma mistura em ebulição de H_2SO_4 e HCl por vários minutos e finalmente imersos em H_2O_2 durante 1 h. Todas as amostras foram limpas em ultrassons com água destilada, acetona e água ultrapura durante 10 min, três vezes, respetivamente, no final de cada etapa. As amostras foram finalmente enxaguadas em água ultrapura e secas em ar quente. Por espectroscopia de fotoelétrons de raio X (XPS) analisaram as composições das superfícies e não foi detetada a presença de alumina. Todos estes estudos bibliográficos que aqui são apresentados, demonstram que é possível melhorar o processo de jateamento e ataque ácido que foram utilizados durante este trabalho.

4.2.2 Rugosidade das superfícies

Diversos parâmetros de rugosidade foram medidos para as três superfícies, sendo que em cada uma se fez três ensaios, utilizando um perfilómetro mecânico. Os parâmetros avaliados para a caracterização da rugosidade da superfície foram parâmetros de amplitude - R_a , R_z e o $R_{m\acute{a}x}$.

R_a é a média aritmética dos valores absolutos de afastamento dos pontos do perfil de rugosidade, em relação à linha média, presentes na superfície avaliada.

R_z obtém-se dividindo a comprimento de apalpação em cinco partes (com o comprimento do filtro cut-off) e fazendo a média aritmética das cinco maiores distâncias topo-fundo presentes em cada um desses comprimentos no perfil analisado, representa a média dos defeitos máximos dentro do comprimento de apalpação.

$R_{m\acute{a}x}$, rugosidade máxima, é a máxima distância topo-fundo.

4.2.2.1 Perfilometria mecânica

Os gráficos das figuras 34 a 36 representam os 3 perfis realizados nas amostras da figura 14, obtidos por perfilometria mecânica.

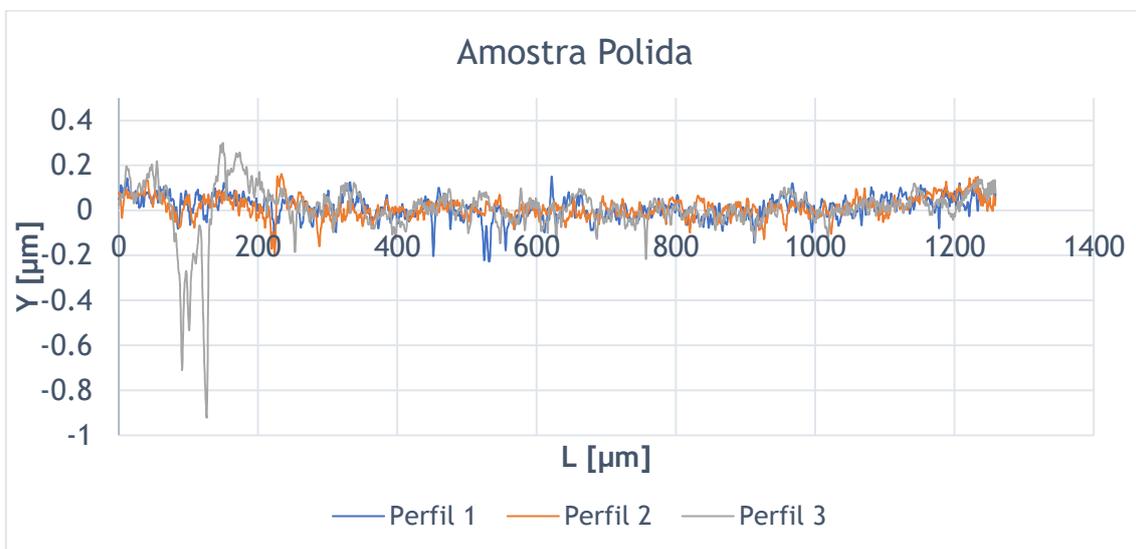


Figura 34: Perfis da amostra Polida

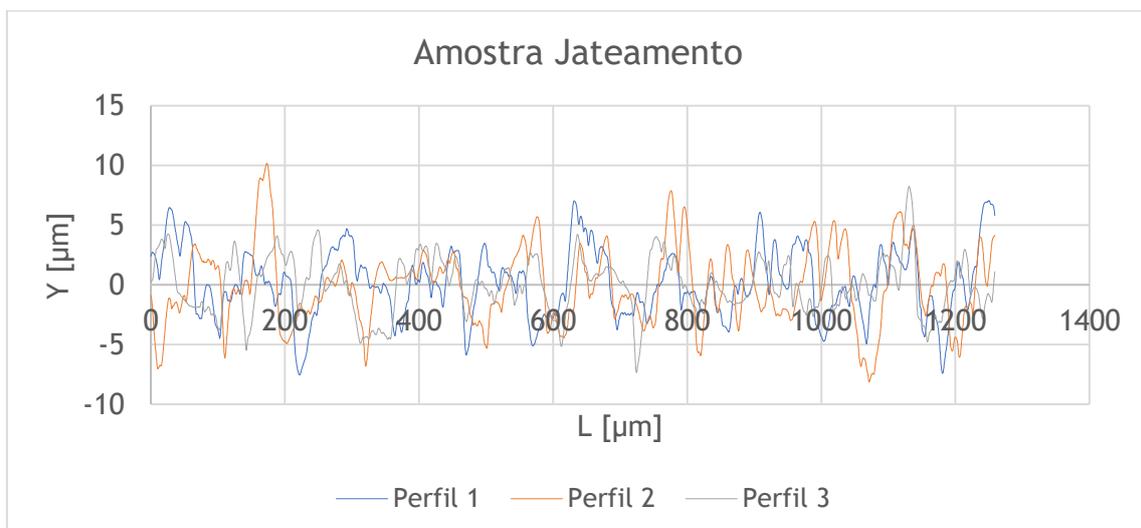


Figura 35: Perfis da amostra Jateamento

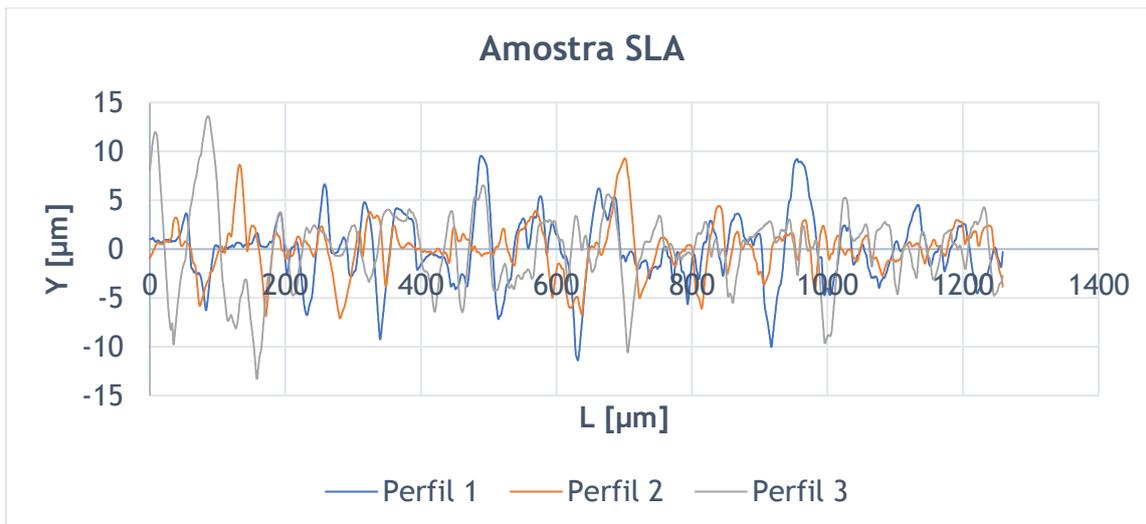


Figura 36: Perfis da amostra SLA

Por observação dos gráficos representativos do perfil da superfície dos implantes, após terem sofrido diferentes tratamentos, podemos constatar que ambas as amostras que sofreram jateamento e obtidas diretamente por SLA possuem perfis com diferenças evidentes em relação ao original (amostra polida).

Os resultados dos diferentes parâmetros de rugosidade analisados, correspondentes a cada um dos implantes estudados, estão expressos na tabela 12. Os valores apresentados por grupo e parâmetro representam a média aritmética das várias leituras efetuadas e o respectivo desvio padrão, expressos em μm .

As diferentes topografias promovem a cicatrização inicial devido à possibilidade de retenção do coágulo sanguíneo inicial durante o estágio crítico da migração de células osteogênicas ao redor do implante. A aplicação de tratamentos de superfície para aumentar a rugosidade superficial dos implantes dentários mostra que a osseointegração do implante a curto e médio prazo é favorecida por uma superfície microrugosa [91, 92].

De acordo com vários estudos experimentais, essa melhoria parece estar associada à existência de microrugosidade da superfície do implante, o que favorece a adesão e diferenciação celular. Este efeito resulta numa rápida regeneração. Um implante com uma microtopografia de superfície complexa é essencial não apenas para a formação de osteogênese de contato, mas também para a adesão da matriz óssea à superfície. Esses fenômenos mostram a importância e influência que a microtopografia da superfície do implante tem na cicatrização precoce e na otimização das respostas biológicas durante o processo de cicatrização [93-97].

Tabela 12: Valores obtidos, por perfilometria mecânica, para os diferentes parâmetros de rugosidade

	Parâmetros de rugosidade			
		R_a	R_z	$R_{máx}$
Amostra	Polida	$0,05 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,09$	$0,65 \pm 0,38$
	Jateamento	$2,23 \pm 0,2$	$11,83 \pm 1,2$	$14,90 \pm 1,5$
	SLA	$2,43 \pm 0,4$	$14,45 \pm 1,7$	$20,71 \pm 4,1$

Analisando a tabela, é de notar que a rugosidade média (R_a) aumenta bastante para as amostras jateamento e SLA, $2,23 \pm 0,2$ e $2,43 \pm 0,4$, respetivamente, quando comparado com a amostra Polida, que possuía um R_a de $0,05 \pm 0,01 \mu\text{m}$. O valor de R_a para a amostra polida está dentro do esperado, sendo que esta deveria de ter um valor de R_a menor que $0,5 \mu\text{m}$ para ser considerada uma superfície lisa [32]. Em relação à amostra Jateamento, segundo a bibliografia [98], e tendo em conta que o tamanho das partículas de alumina era de $150 \mu\text{m}$, o valor de R_a deveria de estar compreendido entre $1,43 \pm 0,3$ (para partículas de alumina com um tamanho de $75 \mu\text{m}$) e $2,20 \pm 0,3$ (para partículas de alumina com um tamanho de partícula de $250 \mu\text{m}$). Comparando os valores, verifica-se um aumento do valor de R_a quando comparado com a bibliografia. Este fenómeno poderá ser devido à pressão utilizada pelo equipamento e/ou pela distância da ponta do equipamento à amostra. Por sua vez a amostra SLA também apresenta valores dentro de esperado uma vez que, segundo a bibliografia, este tratamento de superfície consegue atingir valores de R_a entre $1,1 \mu\text{m}$ e $3,5 \mu\text{m}$ [99-102], dependendo, naturalmente, dos ácidos utilizados e dos tempos de lavagens. Vários trabalhos verificaram que a fixação inicial de um implante e sua estabilidade mecânica a longo prazo, podem ser melhoradas através da mudança da superfície de lisa para rugosa [51, 96, 103]. Também foi relatado que um alto valor da rugosidade da superfície era uma indicação da interação mecânica entre a superfície do implante e crescimento ósseo. No entanto, há também evidências de que implantes com alto valor de rugosidade da superfície promovem libertação de iões e peri-implantite [104], e por essa razão o valor aceitável de rugosidade superficial é limitado a valores entre 1 e $2 \mu\text{m}$ [105, 106]. Won-Mi Bok et al. [107], realizaram um tratamento de SLA noutra liga de titânio também utilizada na área dentária, Ti-10Nb-10Ta, onde obtiveram um valor de R_a de $1,09 \pm 0,07$, valor que se encontra entre os valores aceitáveis para rugosidade acima mencionado. O tratamento de SLA que realizaram foi o seguinte: jateamento com partículas de alumina com o tamanho de partícula de $110 \mu\text{m}$ a uma distância da amostra de 1 cm , numa direção vertical sob uma pressão de $0,5 \text{ MPa}$ (a pressão utilizada no jateamento das amostras desta dissertação foi de $0,4 \text{ MPa}$). Seguidamente as amostras foram lavadas num equipamento de ultrassons durante 15 minutos em etanol e água destilada. De seguida as amostras sofreram um ataque ácido durante 9 minutos a uma temperatura de $100 \text{ }^\circ\text{C}$, com uma mistura de ácidos de H_2SO_4 ($95\text{-}97\%$) e HCl

(35-37%), numa proporção de 3:7. De modo a neutralizar a superfície tratada, as amostras foram colocadas novamente nos ultrassons durante 10 minutos numa solução aquosa a 0,1 M de KOH. Em seguida, as amostras foram lavadas por ultrassons durante 15 minutos cada em etanol e água destilada, respetivamente, e colocadas numa estufa a 40 ° C por 24 horas.

Em relação a R_z , a média dos defeitos máximos dentro do comprimento de apalpação, a amostra Polida apresenta um valor de $0,33 \pm 0,09$, a amostra Jateamento apresenta um valor de $11,83 \pm 1,2$ e a amostra SLA apresenta o valor mais elevado, $14,45 \pm 1,7$.

No caso do $R_{máx}$, máxima distância topo-fundo, a amostra SLA apresenta, novamente o valor mais elevado, $20,71 \pm 4,1$, e as amostras Polida e Jateamento apresentam os valores de $0,65 \pm 0,38$ e $14,90 \pm 1,5$, respetivamente.

4.3 Análise microestrutural

Como o processo SLM tem uma taxa de arrefecimento muito alta (geralmente maior que 10^6 K/s), ocorre a transformação martensítica para α' . As agulhas martensíticas dentro dos grãos são geralmente inclinadas a cerca de 40° da direção de construção. Segundo a bibliografia [70, 75, 108], este facto é devido à relação de Burgers entre a fase α / α' e a fase β que dita a orientação de crescimento preferencial α' durante o arrefecimento rápido de SLM. Na figura 37 e 38 é possível identificar a uma microestrutura martensítica acicular, ou seja, a estrutura mostra a presença de lamelas em formas extremamente finas, assemelhando-se a agulhas.

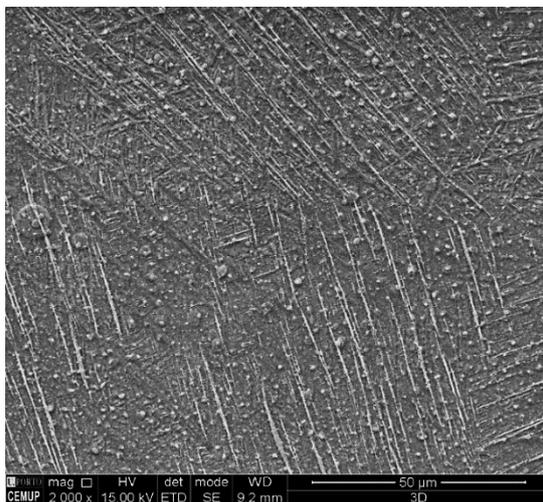


Figura 37: Microestrutura da amostra após fabrico SLM, 2000x

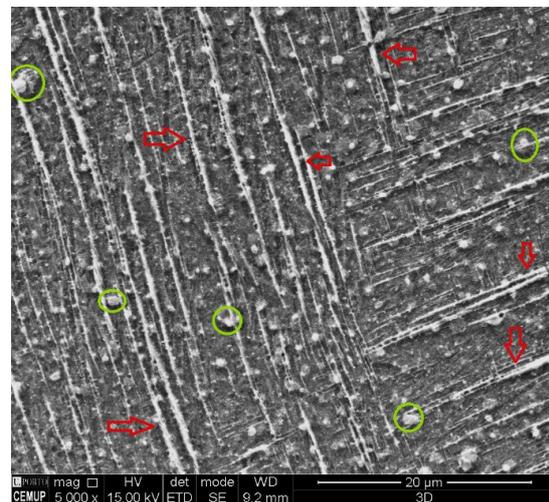


Figura 38: Microestrutura da amostra após fabrico SLM, 5000x, com algumas agulhas de martensite assinaladas com setas e fase α globular assinalado a verde

A microestrutura das amostras que sofreram tratamento térmico a 800 ° C durante um total de 6 h está representada nas figuras 39 e 40. As zonas escuras representam a fase β e as zonas claras representam a fase α . Neste caso é possível constatar que a estrutura

martensítica fina foi transformada numa mistura de α e β , numa estrutura lamelar em que a fase α está presente como lamelas, rodeadas pela matriz de β . A presença de morfologias globulares é observada tanto na amostra em questão como na anterior. Segundo a bibliografia [21], estas estruturas tratam-se de núcleos isolados da fase α , enriquecidos com Al que é um estabilizador desta mesma fase, e aparecem por nucleação e precipitação nos limites das agulhas de martensite. Comparando com a bibliografia [21], esta é uma microestrutura típica resultante de tratamento térmico a 800 °C após fabricação SLM, realizado anteriormente. I. Yadroitsev et al. [21] realizaram um tratamento térmico a peças fabricadas por SLM a uma temperatura de 800 °C durante 240 minutos seguido de um arrefecimento lento dentro do forno. Este é um tratamento térmico usualmente utilizado para se obter estruturas globulares. Trata-se de um recozimento na zona $\alpha + \beta$ seguido de um arrefecimento lento no forno. Este tratamento é eficientemente aplicado às ligas $\alpha + \beta$ para se obter uma boa combinação de resistência, ductilidade e maquinabilidade. Os parâmetros utilizados para fabricação SLM foram: energia do laser de 50W, velocidade de construção de 0,12 m/s e espessura de camada de 50 μm . Após fabricação SLM obtiveram uma microestrutura muito fina acicular martensítica. Após tratamento térmico, obtiveram uma microestrutura lamelar com a presença de poucos núcleos finos da fase α , o que coincide com a microestrutura obtida neste trabalho. Mais ainda, verificaram que a transformação de martensite em $\alpha + \beta$, a temperaturas entre 700 - 800 °C está completa ao fim de apenas 30 min.

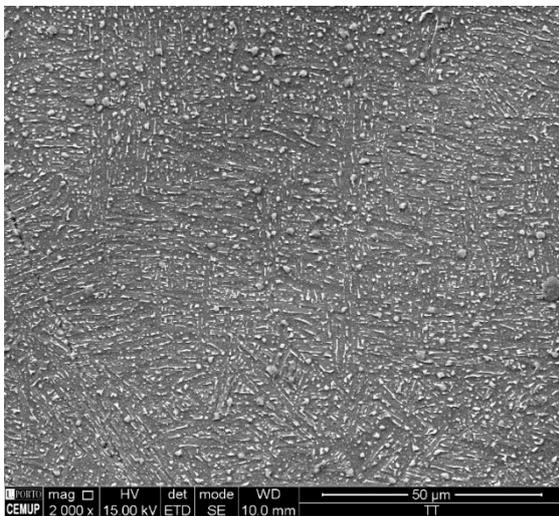


Figura 39: Microestrutura da amostra Tratamento Térmico, 2000x

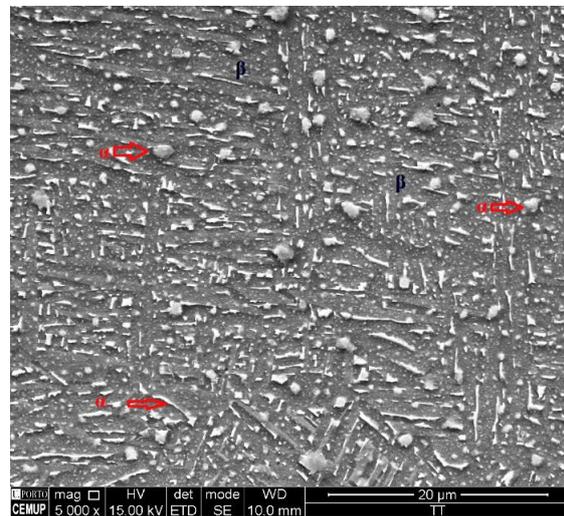


Figura 40: Microestrutura da amostra Tratamento Térmico, 5000x: Zonas clara: fase α ; Zonas escuras: fase β .

As figuras 41 a 46 representa as microestruturas, a diferentes ampliações, das amostras que sofreram tratamentos de superfície.

Verifica-se que as microestruturas das três amostras são bastante semelhantes, apresentando lamelas de fase α numa matriz de β . As microestruturas obtidas para estas três amostras correspondem ao esperado pois nenhuma sofreu tratamentos térmicos ou mecanismos de deformação mecânica, que são dois fenômenos que permitem a mudança das microestruturas dos materiais. As análises EDS globais de todas as amostras estão em anexo. A presença de carbono em todas as análises EDS é devido ao revestimento das amostras.

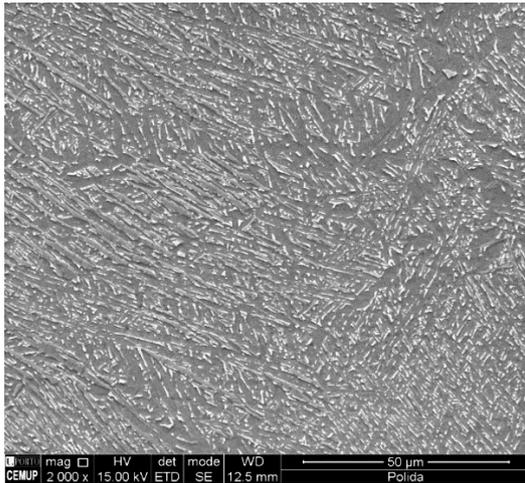


Figura 41: Microestrutura da amostra Polida,
2000x

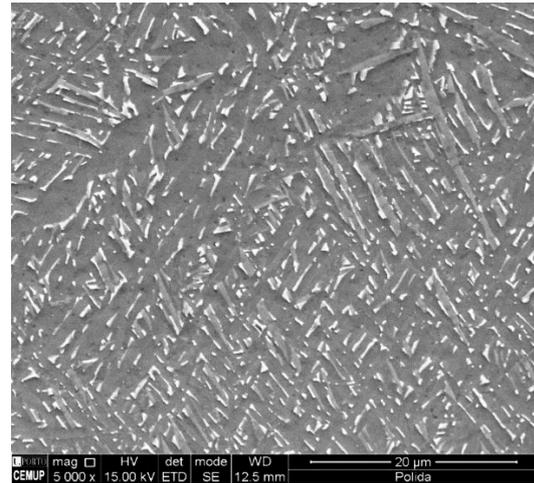


Figura 42: Microestrutura da amostra Polida,
5000x

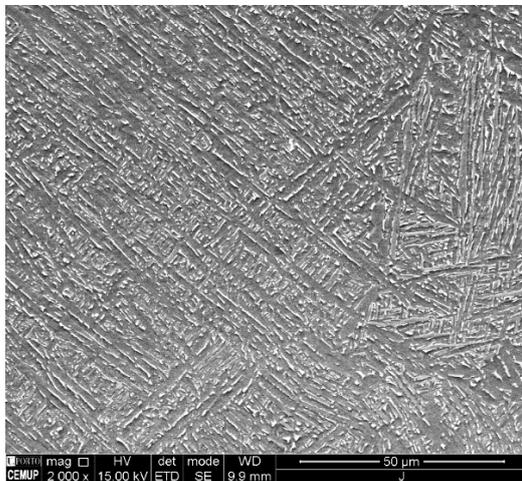


Figura 43: Microestrutura da amostra
Jateamento, 2000x

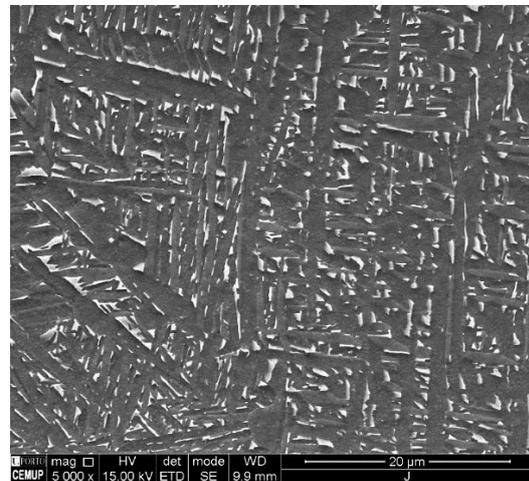


Figura 44: Microestrutura da amostra
Jateamento, 5000x

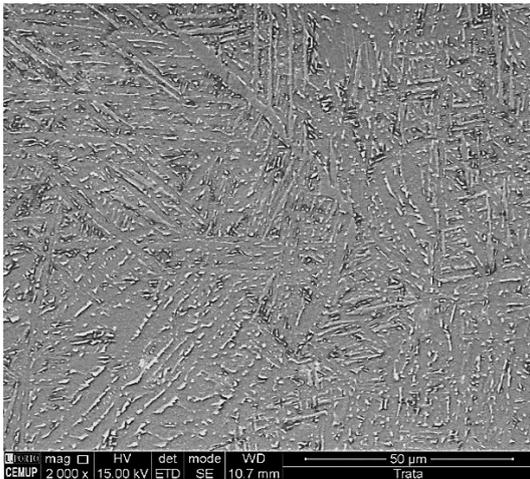


Figura 45: Microestrutura da amostra SLA, 2000x

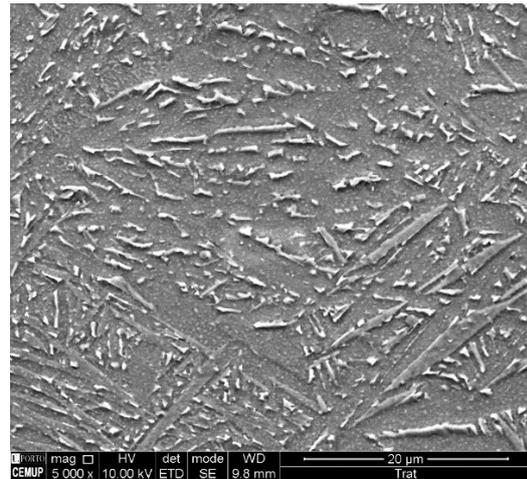


Figura 46: Microestrutura da amostra SLA, 5000x

Na amostra Polida verificou-se a presença de alguns pontos escuros (figura 47) por toda a amostra. A análise EDS (figura 48) confirmou a presença dos elementos de liga, tanto na zona 1 (Z1) como na zona 2 (Z2), não havendo qualquer contaminação. Estes pontos poderão ser espaços vazios deixados pelas partículas de alumina que estavam presentes na superfície e que foram eliminadas durante a preparação metalográfica. A análise EDS da zona 2 (Z2) está em anexo.

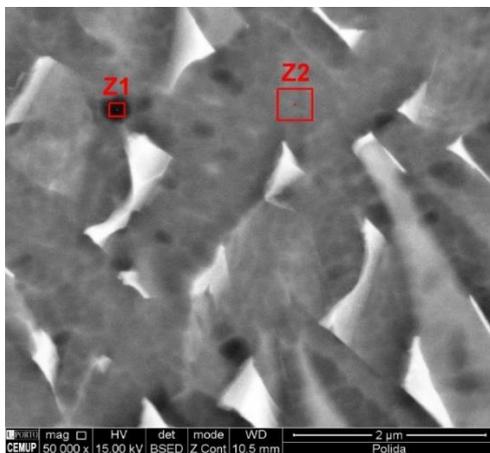


Figura 47: Microestrutura da amostra Polida, com as zonas analisadas por EDS representadas, 50000x

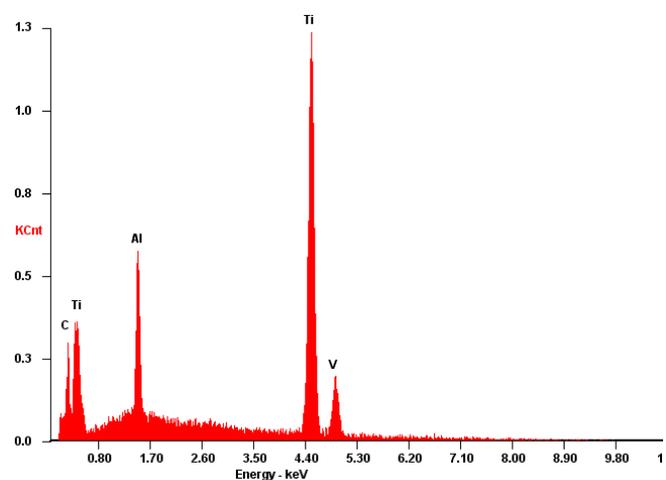


Figura 48: Análise EDS da zona Z1 da amostra Polida

A amostra SLA continha bastantes zonas com uma cor mais escura (figuras 49 e 50, Z1 e Z2). A análise EDS (figura 51 e 52) permitiu constatar a presença de enxofre, cálcio e sódio, provenientes de má lavagem e secagem das amostras durante a preparação metalográfica que poderia ter sido evitado com uma lavagem em ultrassons e uma secagem com ar comprimido.

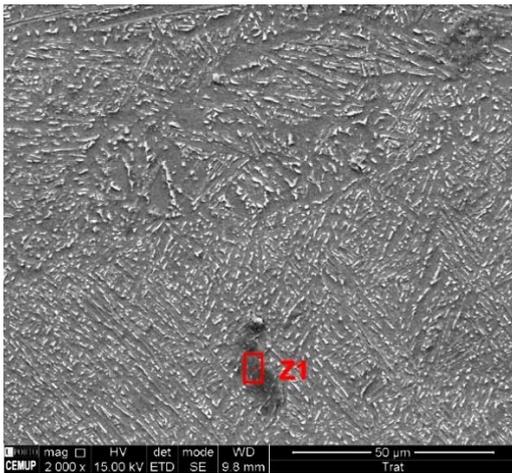


Figura 49: Microestrutura da amostra SLA, com a zona analisada por EDS representada, 2000x

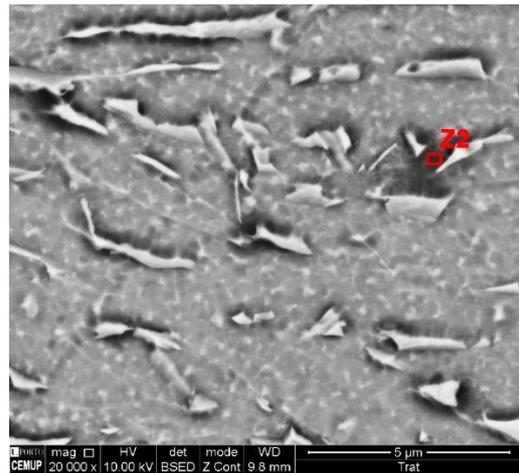


Figura 50: Microestrutura da amostra SLA, com a zona analisada por EDS representada, 20000x

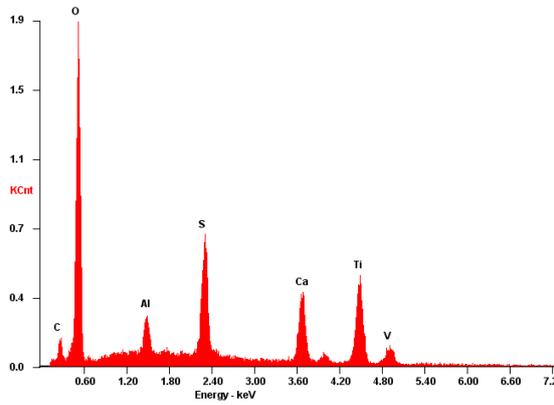


Figura 51: Análise EDS da zona Z1 da amostra SLA

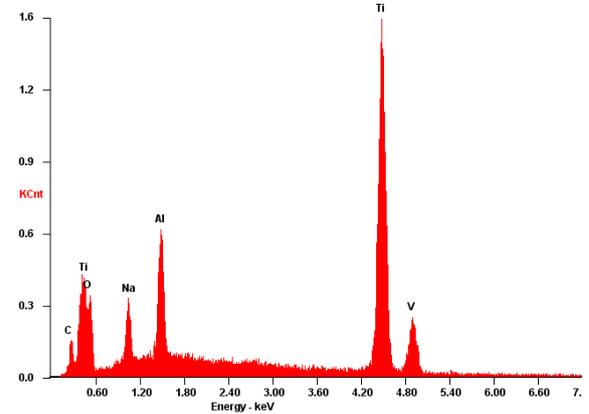


Figura 52: Análise EDS da zona Z2 da amostra SLA

4.4 Ensaio de microdureza

As amostras de Ti6Al4V (figura 17) foram também sujeitas ao ensaio de microdurezas para completar a caracterização mecânica do processo. O gráfico da figura 53 representa os resultados do ensaio obtidos para cada amostra.

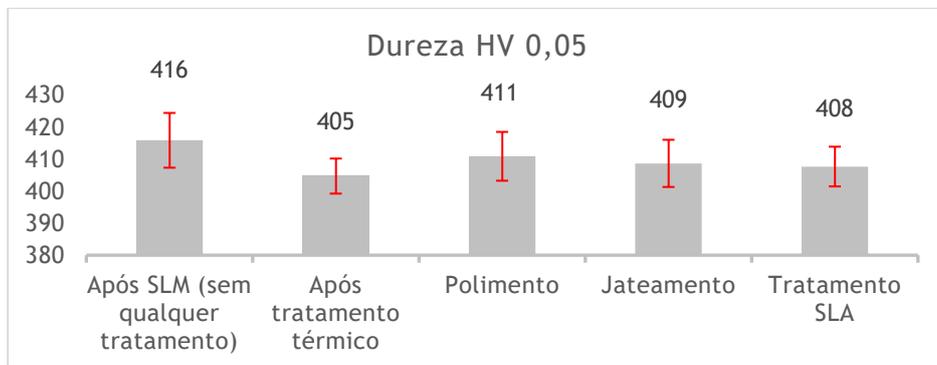


Figura 53: Microdureza das amostras estudadas e respectivos desvios padrão

4.4.1 Comparação e análise de resultados

Após terem sido apresentados os resultados obtidos com o ensaio de microdurezas para as diferentes amostras, é necessário validar os resultados recorrendo a bibliografia bem como a dados enviados pelos diferentes fornecedores. A tabela 13 sintetiza os valores encontrados para os processos.

Tabela 13: Valores de dureza (HV) para cada amostra

	<i>Resultado</i>	<i>Fornecedor</i>	<i>Bibliografia</i>
<i>SLM</i>	416 ± 17	394 ± 25	300 - 500 [21, 74, 109, 110]
<i>Após tratamento térmico</i>	405 ± 11	-	400 ± 25 [21]

Comparando os valores obtidos com os encontrados na bibliografia, pode-se constatar que o valor obtido coincide com os da bibliografia, sendo que, vários estudos [74, 109, 110] confirmam que a dureza de amostras de Ti6Al4V fabricadas por SLM pode variar entre 300 e 500 HV. Num estudo sobre a evolução microestrutural e mecânica de amostras de Ti6Al4V fabricada por SLM, investigadores estudaram a influência dos parâmetros de construção nas propriedades mecânicas da peça final. Lore Thijs et al. [74] fizeram variar dois parâmetros de fabrico: a densidade de energia (variou entre 71, 93, 140, 187 e 373 10⁹ J m³) e a velocidade de construção (variou entre 50, 100 e 200 mm/s). A energia do laser foi de 42 W e a espessura de camada foi de 30 µm. Verificaram que as amostras utilizadas neste estudo mostram uma grande variação na microdureza Vickers. Os valores variaram entre 409 ± 35,9 e 479 ± 42. Assim, estabeleceram uma correlação entre os valores de microdureza Vickers e a densidade de energia aplicada no sentido em que, uma maior densidade de energia, aplicada, diminuindo a velocidade de construção, resultará num maior valor de microdureza Vickers.

Por sua vez, o valor da dureza da amostra que sofreu tratamento térmico corresponde ao esperado, uma vez que é bastante semelhante ao da bibliografia. I. Yadroitsev et al., realizaram vários tratamentos térmicos a amostras de Ti6Al4V fabricadas por SLM de forma a perceber qual a sua influência na microestrutura e nas propriedades mecânicas. Realizaram um tratamento térmico a 800 °C durante 240 minutos e posterior arrefecimento lento dentro do forno, e obtiveram valores de dureza de 400 ± 25 HV. Verificaram também, que dos tratamentos térmicos que fizeram, um tratamento a 840 °C, seguido de arrefecimento rápido em água, e posterior têmpera a 600 °C foi o que conseguiu atingir maiores valores de dureza (430 ± 10).

Em relação às restantes amostras, a polida e as que sofreram tratamentos de superfície, verifica-se um ligeiro aumento do valor da dureza das três amostras em relação à amostra que sofreu tratamento térmico. Isto pode ser explicado pelo facto de as três

amostras terem sido polidas antes de sofrerem qualquer tratamento de superfície, e, por sua vez, o polimento ter causado algum encruamento superficial e, conseqüentemente, um ligeiro aumento da dureza. Comparando as três amostras, existe uma ligeira diminuição do valor das durezas das amostras pouco significativa sendo 411 ± 15 , 409 ± 15 e 408 ± 12 para a amostra polida, jateamento e SLA, respectivamente.

5. Conclusão

As principais conclusões retiradas desta dissertação são as seguintes:

- Utilizando a combinação ideal do SLM e dos parâmetros de construção foi possível a obtenção de implantes dentários customizados com geometrias complexas para as áreas da cirurgia dentária e maxilofacial;
- A microestrutura típica do processo SLM é a fase martensítica α' . Isso é observado nas amostras após fabricação SLM. Após o tratamento térmico, a estrutura acicular martensítica torna-se uma mistura da fase α e β .
- Os implantes sofreram diferentes tratamentos de superfície, sendo que o SLA se revelou o mais eficiente na criação de rugosidade extrema nas superfícies das amostras;
- A amostra Polida e a amostra Jateamento continham ambas, na sua superfície, partículas de alumina encrustadas, sendo que a última apresentava também partículas de metal duro, devido ao polimento com os abrasivos e ao jateamento das superfícies com partículas de alumina, e do desgaste da ponta do equipamento utilizado, respetivamente;
- A amostra SLA apresentava uma morfologia semelhante a um favo de mel, característica deste tratamento. Por sua vez, partículas de alumina continuaram presentes depois de todas as lavagens realizadas, sugerindo que estas não foram eficientes na sua eliminação;
- Os ensaios de dureza revelaram uma diminuição de dureza após tratamento térmico depois da fabricação SLM quando comparado com uma amostra que não tinha sido tratada termicamente e um ligeiro aumento da amostra polida em relação à tratada termicamente,
- Quanto às amostras que sofreram tratamentos de superfície, verificou-se uma ligeira diminuição da dureza da amostra jateamento em relação à polida e, por fim, uma ligeira diminuição da dureza da amostra SLA em relação à amostra jateamento.

Referências Bibliográficas

- [1] J. Black and G. Hastings, *Handbook of Biomaterial Properties*. Springer US, 1998.
- [2] R. M. Pilliar, "Metallic biomaterials," in *Biomedical materials*: Springer, 2009, pp. 41-81.
- [3] J. B. Park and J. D. Bronzino, *Biomaterials: Principles and Applications*. CRC Press, 2002.
- [4] J. G. Webster, *Encyclopedia of medical devices and instrumentation* (no. vol. 1). Wiley, 1988.
- [5] T. Swee-hin, *Engineering Materials For Biomedical Applications*. World Scientific Publishing Company, 2004.
- [6] W. F. Smith, *Princípios de ciência e engenharia de materiais*. McGraw-Hill, 1998.
- [7] J. R. Davis and A. International, *Handbook of Materials for Medical Devices*. ASM International, 2003.
- [8] W. F. Smith, *Structure and Properties of Engineering Alloys*. McGraw-Hill, 1993.
- [9] M. J. Yaszemski, *Biomaterials in Orthopedics*. CRC Press, 2003.
- [10] A. A. Antonysamy, "Microstructure, Texture and Mechanical Property Evolution during Additive Manufacturing of Ti6Al4V Alloy for Aerospace Applications," Doctor of Philosophy, The University of Manchester, 2012.
- [11] C. Leyens and M. Peters, *Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications*. John Wiley & Sons, 2003.
- [12] J. Barbosa, "Elaboração de Aluminetos de Titânio por Fusão de Indução em Cadinho Cerâmico e Vazamento em Moldação Cerâmica," Tese de Doutorado, Universidade do Minho, 2001.
- [13] H. Baker, *ASM handbook: Alloy phase diagrams* (no. vol. 3). ASM International, 1992.
- [14] K. Bordji *et al.*, "Cytocompatibility of Ti-6Al-4V and Ti-5Al-2.5 Fe alloys according to three surface treatments, using human fibroblasts and osteoblasts," *Biomaterials*, vol. 17, no. 9, pp. 929-940, 1996.
- [15] G. Zhao *et al.*, "High surface energy enhances cell response to titanium substrate microstructure," *Journal of biomedical materials research Part A*, vol. 74, no. 1, pp. 49-58, 2005.
- [16] M. Taborelli *et al.*, "Influence of surface treatments developed for oral implants on the physical and biological properties of titanium.(I) Surface characterization," *Clinical oral implants research*, vol. 8, no. 3, pp. 208-216, 1997.
- [17] J. C. Wataha, *Materials for endosseous dental implants*. 1996, pp. 79-90.
- [18] T. Albrektsson, P.-I. Brånemark, H.-A. Hansson, and J. Lindström, "Osseointegrated titanium implants: requirements for ensuring a long-lasting, direct bone-to-implant anchorage in man," *Acta Orthopaedica Scandinavica*, vol. 52, no. 2, pp. 155-170, 1981.
- [19] Y.-T. Sul, C. B. Johansson, K. Röser, and T. Albrektsson, "Qualitative and quantitative observations of bone tissue reactions to anodised implants," *Biomaterials*, vol. 23, no. 8, pp. 1809-1817, 2002/04/01/ 2002.
- [20] B. He *et al.*, "Microstructural characteristic and mechanical property of Ti6Al4V alloy fabricated by selective laser melting," *Vacuum*, vol. 150, pp. 79-83, 2018/04/01/ 2018.
- [21] I. Yadroitsev, P. Krakhmalev, and I. Yadroitsava, "Selective laser melting of Ti6Al4V alloy for biomedical applications: Temperature monitoring and microstructural

- evolution," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 583, pp. 404-409, 2014/01/15/2014.
- [22] R. Pederson, "Microstructure and Phase transformation of Ti-6Al-4V," Tese de Doutoramento Luleå tekniska universitet, 2002.
- [23] C. R. Knowles, "Residual stress measurement and structural integrity evaluation of SLM Ti-6Al-4V," University of Cape Town, 2012.
- [24] A. I. H. Committee, S. Lampman, C. Moosbrugger, E. DeGuire, and A. S. f. Metals, *ASM Handbook: Casting. Volume 15*. ASM International, 2008.
- [25] MatWeb, "Online Materials Information Resource," Accessed on: 18 de abril de 2018 Available: <http://www.matweb.com/>
- [26] T. E. o. E. Britannica, "Prosthesis," 3/1/2018. Accessed on: 17/01/2018 Available: <https://www.britannica.com/topic/prosthesis>
- [27] J. B. Brunski, D. A. Puleo, and A. Nanci, "Biomaterials and biomechanics of oral and maxillofacial implants: current status and future developments," *The International journal of oral & maxillofacial implants*, vol. 15, no. 1, pp. 15-46, 2000.
- [28] C. M. R. Gonçalves, "Desenvolvimento da metodologia de projecto e fabrico de Próteses à medida do paciente," Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia, Universidade do Porto, 2011.
- [29] P. P. Binon, "Implants and components: entering the new millennium," *Int J Oral Maxillofac Implants*, vol. 15, pp. 76-94, 2000.
- [30] P. Santos and G. Alcoforado, "Conceitos biológicos dos implantes dentários," *Alcoforado G, Redinha L. Reabilitação com implantes endo-ósseos. Lisboa, Ed. Lidel-Edições Técnicas, Lda*, pp. 7-21, 2008.
- [31] G. Zarb and T. Albrektsson, "Osseointegration: a requiem for the periodontal ligament," *Int J Periodontics Restorative Dent*, vol. 11, no. 1, pp. 88-91, 1991.
- [32] A. Wennerberg and T. Albrektsson, "Implant surfaces beyond micron roughness. Experimental and clinical knowledge of surface topography and surface chemistry," *International Dentistry SA*, vol. 8, no. 6, 2006.
- [33] R. M. Palmer, L. C. Howe, and P. J. Palmer, *Implants in Clinical Dentistry*. CRC Press, 2002.
- [34] T. Albrektsson and A. Wennerberg, "Oral implant surfaces: Part 1--review focusing on topographic and chemical properties of different surfaces and in vivo responses to them," *International Journal of Prosthodontics*, vol. 17, no. 5, 2004.
- [35] B. Kasemo and J. Lausmaa, "Selección del metal y características de la superficie," *Branemark PI, Zarb GA Albreksoont. Prótesis tejido-integrado: La óseo-integración en la odontología clínica. Barcelona. Quintessence*, pp. 99-115, 1999.
- [36] M. Shalabi, A. Gortemaker, M. V. t. Hof, J. Jansen, and N. Creugers, "Implant surface roughness and bone healing: a systematic review," *Journal of dental research*, vol. 85, no. 6, pp. 496-500, 2006.
- [37] A. Wennerberg and T. Albrektsson, "Suggested guidelines for the topographic evaluation of implant surfaces," *International Journal of Oral & Maxillofacial Implants*, vol. 15, no. 3, 2000.
- [38] L. Mummery, *Surface Texture Analysis: The Handbook*. Hommelwerke GmbH, 1992.
- [39] A. Nanci et al., *Chemical modification of titanium surfaces for covalent attachment of biological molecules*. 1998, pp. 324-35.
- [40] C. Massaro et al., *Comparative investigation of the surface properties of commercial titanium dental implants. Part I: Chemical composition*. 2002, pp. 535-48.

- [41] B. Kasemo and J. Lausmaa, "Material-tissue interfaces: the role of surface properties and processes," *Environmental Health Perspectives*, vol. 102, no. Suppl 5, p. 41, 1994.
- [42] M. Hamdan, L. Blanco, A. Khraisat, and I. F Tresguerres, *Influence of Titanium Surface Charge on Fibroblast Adhesion*. 2006, pp. 32-8.
- [43] A. Connection, "Conceitos básicos," Accessed on: 16 de maio de 2018 Available: <http://www.alfaconnection.pro.br/fisica/fisicoquimica/tensao-superficial/conceitos-basicos/>
- [44] T. Albrektsson and M. Jacobsson, "Bone-metal interface in osseointegration," *The Journal of Prosthetic Dentistry*, vol. 57, no. 5, pp. 597-607, 1987/05/01/ 1987.
- [45] B. Feng, J. Weng, B. C. Yang, S. X. Qu, and X. D. Zhang, "Characterization of surface oxide films on titanium and adhesion of osteoblast," *Biomaterials*, vol. 24, no. 25, pp. 4663-4670, 2003/11/01/ 2003.
- [46] W. R. Lacefield, *Materials Characteristics of Uncoated/Ceramic-Coated Implant Materials*. 1999, pp. 21-6.
- [47] Y.-T. Sul, C. Johansson, and T. Albrektsson, "Which surface properties enhance bone response to implants? Comparison of oxidized magnesium, TiUnite, and Osseotite implant surfaces," *International Journal of Prosthodontics*, vol. 19, no. 4, 2006.
- [48] K. Kieswetter, Z. Schwartz, D. Dean, and B. Boyan, "The role of implant surface characteristics in the healing of bone," *Critical Reviews in Oral Biology & Medicine*, vol. 7, no. 4, pp. 329-345, 1996.
- [49] A. Bagno and C. Di Bello, "Surface treatments and roughness properties of Ti-based biomaterials," *Journal of materials science: materials in medicine*, vol. 15, no. 9, pp. 935-949, 2004.
- [50] F. L. Silva, F. Rodrigues, S. Pamato, and J. R. Pereira, "Tratamento de superfície em implantes dentários: uma revisão de literatura," *RFO UPF*, vol. 21, no. 1, pp. 136-142, 2016.
- [51] K. Gotfredson, A. Wennerberg, C. Johansson, L. T. Skovgaard, and E. Hjørting-Hansen, "Anchorage of TiO₂-blasted, HA-coated, and machined implants: An experimental study with rabbits," *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, vol. 29, no. 10, pp. 1223-1231, 1995.
- [52] G. Juodzbaly, M. Saprioniene, A. Wennerberg, and T. Baltrukonis, "Titanium dental implant surface micromorphology optimization," *Journal of Oral Implantology*, vol. 33, no. 4, pp. 177-185, 2007.
- [53] C. Galli *et al.*, "Comparison of human mandibular osteoblasts grown on two commercially available titanium implant surfaces," *Journal of periodontology*, vol. 76, no. 3, pp. 364-372, 2005.
- [54] M. Morra *et al.*, "Surface chemistry effects of topographic modification of titanium dental implant surfaces: 1. Surface analysis," *International Journal of Oral & Maxillofacial Implants*, vol. 18, no. 1, 2003.
- [55] T. Duarte, R. J. Neto, J. L. Alves, and M. Machado, "Impressão 3D na área médica: desafios e oportunidades."
- [56] N. S. Birbara, J. M. Otton, and N. Pather, "3D Modelling and Printing Technology to Produce Patient-Specific 3D Models," *Heart, Lung and Circulation*, 2017/11/10/ 2017.
- [57] D. Banoriya, R. Purohit, and R. K. Dwivedi, "Modern Trends in Rapid Prototyping for Biomedical Applications," *Materials Today: Proceedings*, vol. 2, no. 4, pp. 3409-3418, 2015/01/01/ 2015.

- [58] K. G. Cooper, *Rapid prototyping technology*. Marcel Dekker New York, 2001.
- [59] E. Grenda, *Printing the future: The 3D printing and rapid prototyping source book*. Castle Island Company, 2006.
- [60] I. Gibson, D. Rosen, and B. Stucker, *Additive Manufacturing Technologies: 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing*. Springer New York, 2014.
- [61] P. Raos, I. Klapan, and T. Galeta, *Additive Manufacturing of Medical Models-- Applications in Rhinology*. 2015, pp. 667-673.
- [62] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk, and C. Emmelmann, "Additive manufacturing of metals," *Acta Materialia*, vol. 117, pp. 371-392, 2016/09/15/ 2016.
- [63] J. Dück, F. Niebling, T. Neeße, and A. Otto, "Infiltration as post-processing of laser sintered metal parts," *Powder Technology*, vol. 145, no. 1, pp. 62-68, 2004/07/16/ 2004.
- [64] B. Song, S. Dong, S. Deng, H. Liao, and C. Coddet, "Microstructure and tensile properties of iron parts fabricated by selective laser melting," *Optics & Laser Technology*, vol. 56, pp. 451-460, 2014/03/01/ 2014.
- [65] E. Brinksmeier, G. Levy, D. Meyer, and A. B. Spierings, "Surface integrity of selective-laser-melted components," *CIRP Annals*, vol. 59, no. 1, pp. 601-606, 2010/01/01/ 2010.
- [66] A. Sidambe, *Biocompatibility of Advanced Manufactured Titanium Implants—A Review*. 2014, pp. 8168-8188.
- [67] K. Guan, Z. Wang, M. Gao, X. Li, and X. Zeng, "Effects of processing parameters on tensile properties of selective laser melted 304 stainless steel," *Materials & Design*, vol. 50, pp. 581-586, 2013/09/01/ 2013.
- [68] S. Biamino *et al.*, "Electron beam melting of Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy: Microstructure and mechanical properties investigation," *Intermetallics*, vol. 19, no. 6, pp. 776-781, 2011/06/01/ 2011.
- [69] P. K G, S. Kolla, and J. Eckert, *Additive Manufacturing Processes: Selective Laser Melting, Electron Beam Melting and Binder Jetting—Selection Guidelines*. 2017.
- [70] H. Rafi, N. Karthik, H. Gong, T. L. Starr, and B. E. Stucker, "Microstructures and mechanical properties of Ti6Al4V parts fabricated by selective laser melting and electron beam melting," *Journal of materials engineering and performance*, vol. 22, no. 12, pp. 3872-3883, 2013.
- [71] M. H. Elahinia, M. Hashemi, M. Tabesh, and S. B. Bhaduri, "Manufacturing and processing of NiTi implants: a review," *Progress in materials science*, vol. 57, no. 5, pp. 911-946, 2012.
- [72] M. Koike, K. Martinez, L. Guo, G. Chahine, R. Kovacevic, and T. Okabe, "Evaluation of titanium alloy fabricated using electron beam melting system for dental applications," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 211, no. 8, pp. 1400-1408, 2011.
- [73] L. Murr *et al.*, "Microstructure and mechanical properties of ti-6al-4v for biomedical and related applications involving rapid-layer powder manufacturing," *Advances in biomedical and biomimetic materials Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons*, pp. 71-82, 2009.
- [74] L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. Van Humbeeck, and J.-P. Kruth, "A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V," *Acta materialia*, vol. 58, no. 9, pp. 3303-3312, 2010.

- [75] B. Vrancken, L. Thijs, J.-P. Kruth, and J. Van Humbeeck, "Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 541, pp. 177-185, 2012/11/15/ 2012.
- [76] J.-T. Lee and S.-A. Cho, "Biomechanical evaluation of laser-etched Ti implant surfaces vs. chemically modified SLA Ti implant surfaces: Removal torque and resonance frequency analysis in rabbit tibias," *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 61, pp. 299-307, 2016/08/01/ 2016.
- [77] A. B. Novaes Jr, S. L. S. d. Souza, R. R. M. d. Barros, K. K. Y. Pereira, G. Iezzi, and A. Piattelli, "Influence of implant surfaces on osseointegration," *Brazilian dental journal*, vol. 21, no. 6, pp. 471-481, 2010.
- [78] Y. Xie, J. Li, Z. M. Yu, and Q. Wei, "Nano modified SLA process for titanium implants," *Materials Letters*, vol. 186, pp. 38-41, 2017/01/01/ 2017.
- [79] K. Mills and A. I. H. Committee, *ASM Handbook. Volume 9. Metallography and Microstructures*. ASM International, 1998.
- [80] F. Li, Z. Wang, and X. Zeng, "Microstructures and mechanical properties of Ti6Al4V alloy fabricated by multi-laser beam selective laser melting," *Materials Letters*, vol. 199, pp. 79-83, 2017.
- [81] B. Liu, R. Wildman, C. Tuck, I. Ashcroft, and R. Hague, "Investigation the effect of particle size distribution on processing parameters optimisation in selective laser melting process," *Additive Manufacturing Research Group, Loughborough University*, pp. 227-238, 2011.
- [82] A. B. Spierings and G. Levy, "Comparison of density of stainless steel 316L parts produced with selective laser melting using different powder grades," in *Proceedings of the Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*, 2009, pp. 342-353: Austin, TX.
- [83] A. B. Spierings, N. Herres, and G. Levy, "Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in AM steel parts," *Rapid Prototyping Journal*, vol. 17, no. 3, pp. 195-202, 2011.
- [84] A. Simchi, "The role of particle size on the laser sintering of iron powder," *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 35, no. 5, pp. 937-948, 2004.
- [85] A. C.-Y. Wong, "Characterisation of the flowability of glass beads by bulk densities ratio," *Chemical Engineering Science*, vol. 55, no. 18, pp. 3855-3859, 2000.
- [86] H. H. Hausner, "Friction conditions in a mass of metal powder," Polytechnic Inst. of Brooklyn. Univ. of California, Los Angeles 1967.
- [87] J. Dawes, R. Bowerman, and R. Trepleton, "Introduction to the additive manufacturing powder metallurgy supply chain," *Johnson Matthey Technology Review*, vol. 59, no. 3, pp. 243-256, 2015.
- [88] A. Alagheband and C. Brown, "Plasma Atomization goes commercial," *Metal Powder Report*, vol. 53, no. 11, pp. 26-28, 1998/11/01/ 1998.
- [89] M. Rüger *et al.*, "The removal of Al₂O₃ particles from grit-blasted titanium implant surfaces: Effects on biocompatibility, osseointegration and interface strength in vivo," *Acta Biomaterialia*, vol. 6, no. 7, pp. 2852-2861, 2010/07/01/ 2010.
- [90] Y. Al Jabbari, S. Zinelis, and G. Eliades, *Effect of sandblasting conditions on alumina retention in representative dental alloys*. 2012, pp. 249-55.
- [91] M. Sezin, L. Croharé, and J. Ibañez, "Microscopic study of surface microtopographic characteristics of dental implants," *The open dentistry journal*, vol. 10, p. 139, 2016.

- [92] J. Y. Park and J. E. Davies, "Red blood cell and platelet interactions with titanium implant surfaces," *Clinical oral implants research*, vol. 11, no. 6, pp. 530-539, 2000.
- [93] P. Trisi, R. Lazzara, W. Rao, and A. Rebaudi, "Bone-implant contact and bone quality: evaluation of expected and actual bone contact on machined and osseointegrated implant surfaces," *International Journal of Periodontics & Restorative Dentistry*, vol. 22, no. 6, 2002.
- [94] I. Abrahamsson, T. Berglundh, E. Linder, N. P. Lang, and J. Lindhe, "Early bone formation adjacent to rough and turned endosseous implant surfaces," *Clinical oral implants research*, vol. 15, no. 4, pp. 381-392, 2004.
- [95] R. J. Lazzara, T. Testori, P. Trisi, S. S. Porter, and R. L. Weinstein, "A human histologic analysis of osseointegration and machined surfaces using implants with 2 opposing surfaces," *International Journal of Periodontics & Restorative Dentistry*, vol. 19, no. 2, 1999.
- [96] D. Buser, R. Schenk, S. Steinemann, J. Fiorellini, C. Fox, and H. Stich, "Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implants. A histomorphometric study in miniature pigs," *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, vol. 25, no. 7, pp. 889-902, 1991.
- [97] J. E. Davies, "Understanding peri-implant endosseous healing," *Journal of dental education*, vol. 67, no. 8, pp. 932-949, 2003.
- [98] M. M. Hossain and W. Gao, "How is the surface treatments influence on the roughness of biocompatibility?," *Artif. Organs*, vol. 22, pp. 144-157, 2008.
- [99] L. Zhou *et al.*, *The effects of hierarchical micro/nanosurfaces decorated with TiO₂ nanotubes on the bioactivity of titanium implants in vitro and in vivo*. 2015, p. 6955.
- [100] J. C. M. d. Souza, R. d. S. Magini, and C. A. M. Benfatti, *Noções de Implantodontia Cirúrgica*, 1 ed. ARTES MÉDICAS, 2016.
- [101] B. R. Chrcanovic and M. D. Martins, "Study of the influence of acid etching treatments on the superficial characteristics of Ti," *Materials Research*, vol. 17, no. 2, pp. 373-380, 2014.
- [102] K. Vazouras, "Surface Analysis of SLA and SLActive Dental Implants," Master of Philosophy, Faculty of Medical and Human Sciences, The University of Manchester, 2013.
- [103] A. Wennerberg, T. Albrektsson, B. Andersson, and J. Krol, "A histomorphometric study of screw-shaped and removal torque titanium implants with three different surface topographies," *Clinical oral implants research*, vol. 6, no. 1, pp. 24-30, 1995.
- [104] W. Becker *et al.*, "A Prospective Multicenter Clinical Trial Comparing One-and Two-Stage Titanium Screw-Shaped Fixtures with One-Stage Plasma-Sprayed Solid-Screw Fixtures," *Clinical implant dentistry and related research*, vol. 2, no. 3, pp. 159-165, 2000.
- [105] T. Albrektsson and A. Wennerberg, "The impact of oral implants-past and future, 1966-2042," *J Can Dent Assoc*, vol. 71, no. 5, p. 327, 2005.
- [106] L. Le Guéhennec, A. Soueidan, P. Layrolle, and Y. Amouriq, "Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration," *Dental materials*, vol. 23, no. 7, pp. 844-854, 2007.
- [107] W.-M. Bok, S. y. Kim, S.-J. Lee, G.-S. Shin, J.-M. Park, and M.-H. Lee, *Surface characteristics and bioactivation of sandblasted and acid-etched (SLA) Ti-10Nb-10Ta alloy for dental implant*. 2015, pp. 2185-2192.

- [108] C. Qiu, N. J. E. Adkins, and M. M. Attallah, "Microstructure and tensile properties of selectively laser-melted and of HIPed laser-melted Ti-6Al-4V," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 578, pp. 230-239, 2013/08/20/ 2013.
- [109] A. Phaiboonworachat and K. I. Kourousis, "Cyclic elastoplastic behaviour, hardness and microstructural properties of Ti-6Al-4V manufactured through selective laser melting," *International Journal of Materials Engineering Innovation*, vol. 7, no. 1, pp. 80-87, 2016.
- [110] L. E. Murr *et al.*, "Microstructure and mechanical behavior of Ti-6Al-4V produced by rapid-layer manufacturing, for biomedical applications," *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 2, no. 1, pp. 20-32, 2009/01/01/ 2009.

Anexo A: Resultados -Análise por Microscopia Eletrônica de Varrimento

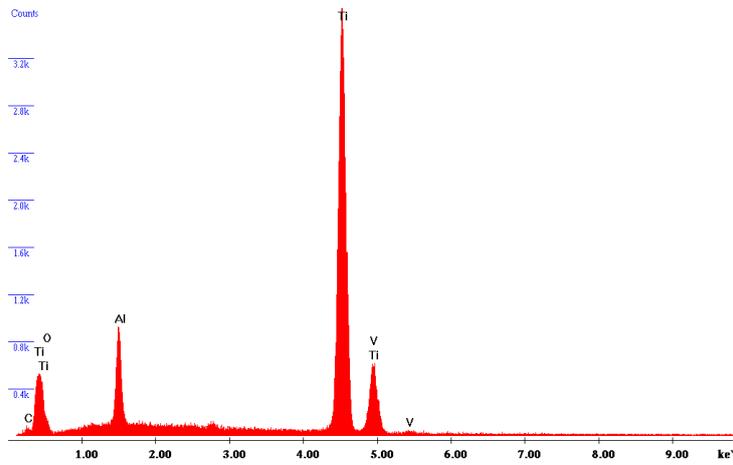


Figura A.1: Análise EDS da zona Z1 da amostra Jateamento

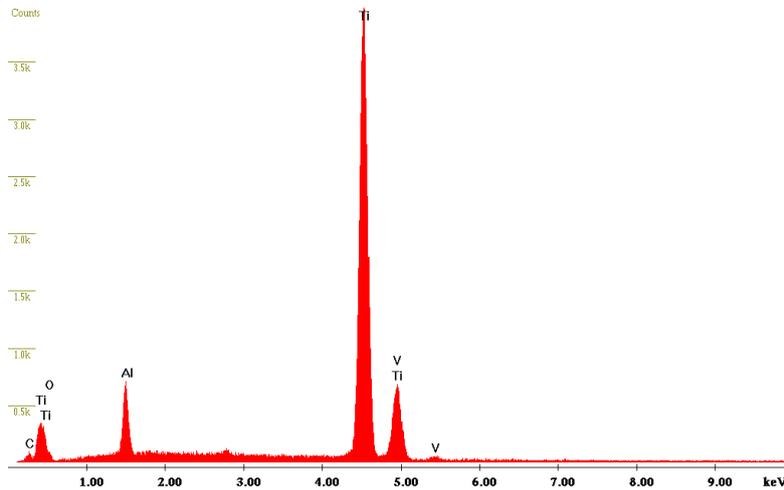


Figura A.2: Análise EDS da zona Z1 da amostra SLA

Anexo B: Resultados -Análise microestrutural

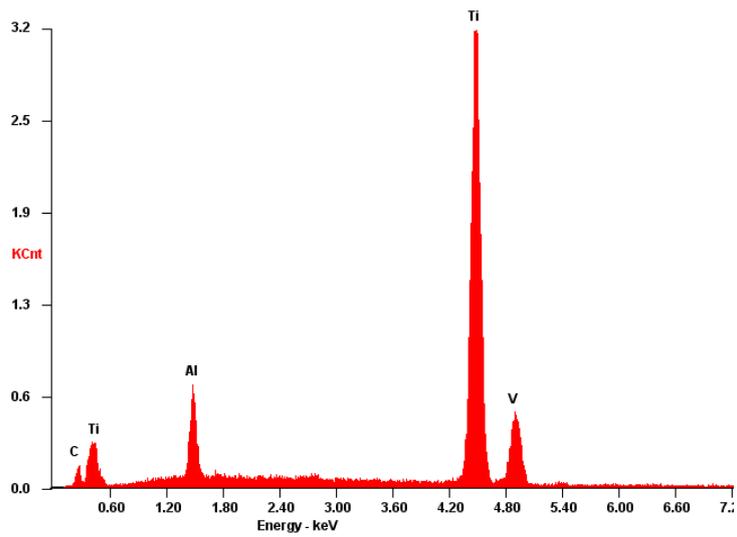


Figura B.1: Espectro EDS global da amostra 3D

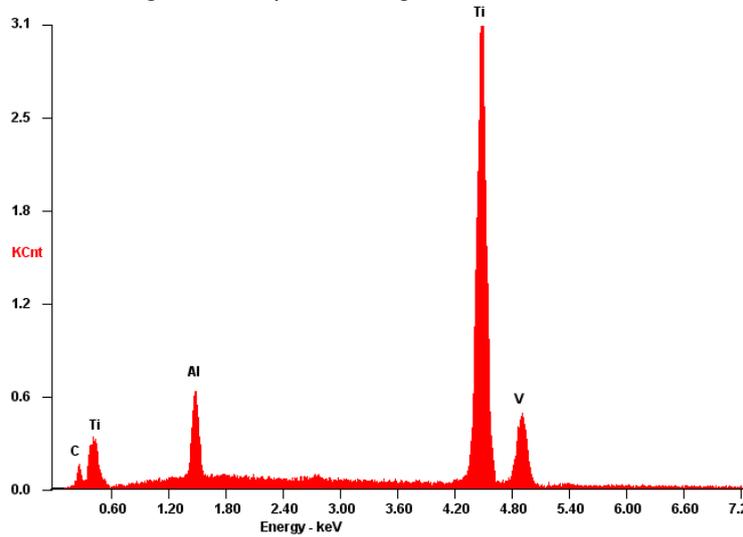


Figura B.2: Espectro EDS global da amostra Tratamento térmico

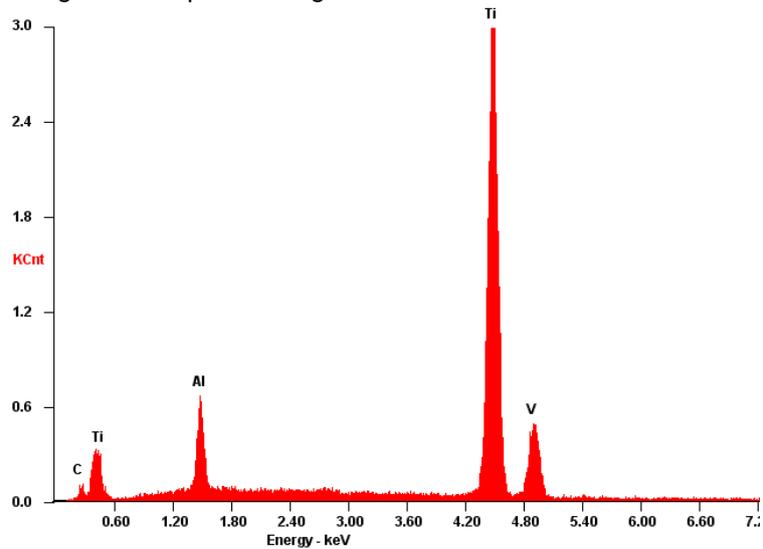


Figura B.3: Espectro EDS global da amostra Polida

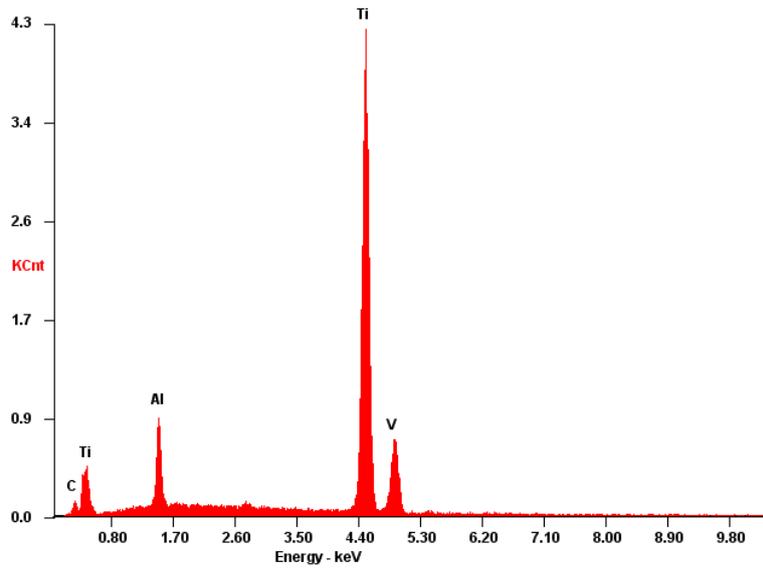


Figura B.4: Espectro EDS global da amostra Jateamento

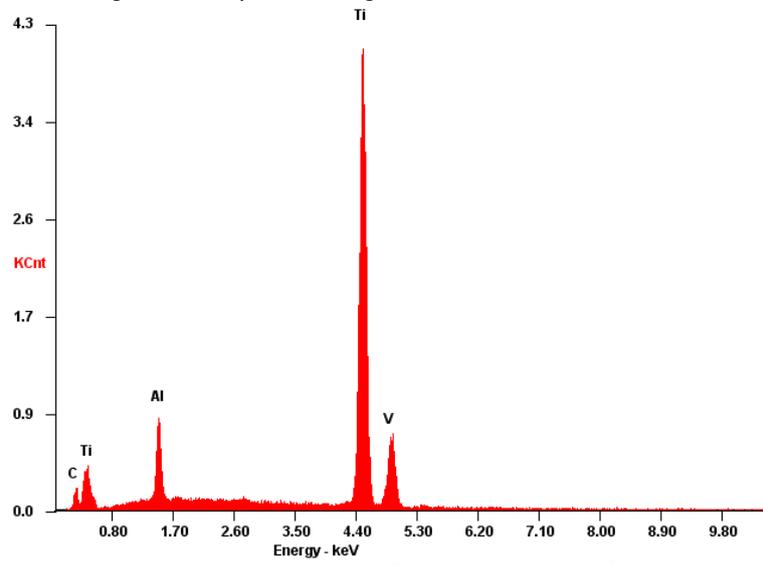


Figura B.5: Espectro EDS global da amostra SLA

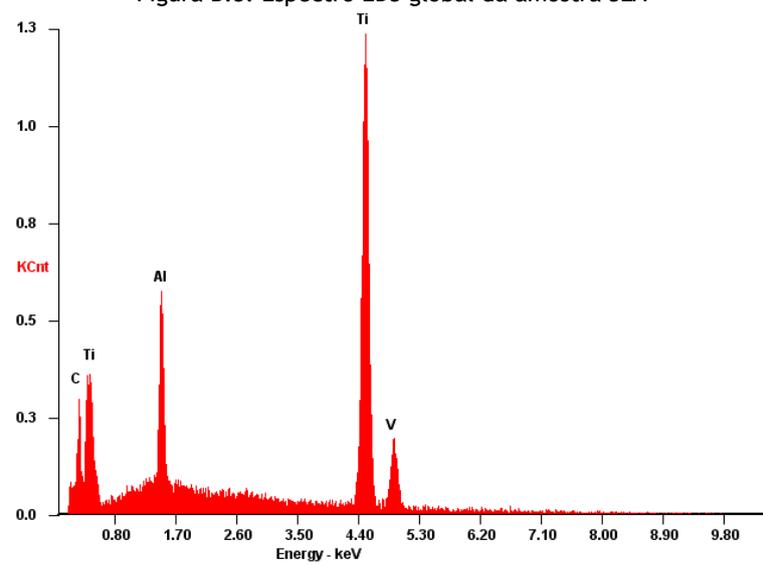


Figura B.6: Análise EDS da zona Z2 da amostra Polida