

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM ENGENHARIA MECÂNICA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

PRODUÇÃO DO AÇO INOX 316L PELA ROTA DE
METALURGIA DO PÓ UTILIZANDO POLÍMERO COMO
AGENTE POROGÊNICO

THÁYNA ALCÂNTARA VIEIRA LÚCIO

Itajubá, dezembro de 2018

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM ENGENHARIA MECÂNICA

THÁYNA ALCÂNTARA VIEIRA LÚCIO

PRODUÇÃO DO AÇO INOX 316L PELA ROTA DE
METALURGIA DO PÓ UTILIZANDO POLÍMERO COMO
AGENTE POROGÊNICO

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Ciências em Engenharia Mecânica.

Área de Concentração: Projeto, Materiais e Processos

Orientador: Prof. Dr. Gilbert Silva
Coorientador: Prof. Dr. Gerson Avelino Fernandes

Itajubá

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a toda minha família.

AGRADECIMENTOS

Sobre tudo, agradeço Àquele que é digno em todas as coisas, e que sem Ele nada seria possível, Deus Pai.

Ao meu marido, Jonathan Serafim, pela compreensão, confiança, amor e alegria, todos os dias.

Aos meus pais, Wallace e Maria Célia, que desde a minha meninice acreditaram em mim e me incentivaram a realizar os meus sonhos.

À minha irmã, Marcelle, por fazer das minhas vitórias e alegrias as dela, e pela amizade plena.

À toda minha família de sangue e família agregada, pelas orações, carinho e amor, sempre.

Aos meus colegas da pós-graduação da Universidade Federal de Itajubá, por compartilharem tempo e conhecimento.

Aos técnicos dos laboratórios da UNIFEI, em especial, Claudemiro Teodoro, Jonas Mendes e Marcos Cirilo, pelos recursos disponibilizados e disposição pessoal.

Ao professor e orientador, Gilbert Silva, pela paciência, empatia, conhecimento e didática inquestionáveis.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela bolsa de estudos.

“A ciência humana de maneira nenhuma nega a existência de Deus. Quando considero quantas e quão maravilhosas coisas o homem compreende, pesquisa e consegue realizar, então reconheço claramente que o espírito humano é obra de Deus, e a mais notável.”

Galileu Galilei

RESUMO

A busca por um biomaterial com melhores propriedades mecânicas atreladas a um menor custo ainda é realidade. O aço inoxidável 316L é destaque nesse meio, devido a sua boa resistência mecânica, bioinércia e baixo custo, comparado às ligas de titânio, amplamente utilizadas nesse ramo. Entretanto, esse material pode ser rejeitado pelo corpo humano após determinado tempo implantado, gerando grande transtorno. A adição de um agente porogênico para aumentar o percentual poroso do material, com o objetivo de aproximar os módulos elásticos deste ao do osso humano e favorecer a osteointegração, foi a melhoria desenvolvida e estudada neste trabalho, o agente porogênico utilizado foi uma cera polimérica. A partir de três percentuais de adição diferentes, 1, 3 e 5%, o percentual poroso das amostras foi analisado, resultando em 13,45%, 22,48% e 37,50%, respectivamente. Assim como a homogeneidade dos poros, a microestrutura e a análise interna dos poros por imagens. Para a análise do comportamento mecânico foram feitos os ensaios de microdureza, dureza e compressão, onde foram obtidos os módulos elásticos de 9,01 GPa, 5,19 GPa e 1,54 GPa para os materiais com adição de 1, 3 e 5% de agente porogênico, respectivamente.

Palavras – chave: Aço Inoxidável 316L, Agente Porogênico, Porosidade, Biomaterial, Módulo de Elasticidade.

ABSTRACT

The search for a biomaterial with better mechanical properties linked to a lower cost is still reality. The 316L stainless steel is highlighted in this medium, due to its good mechanical strength, bioinertia and low cost, compared to titanium alloys, widely used in this field. However, this material can be rejected by the human body after a certain time, causing great inconvenience. The addition of a porogenic agent to increase the porous percentage of the material, in order to bring the elastic modulus closer to the human bone and to promote osseointegration, was the improvement developed and studied in this work, the porogenic agent used was a polymeric wax. From three different percentages of addition, 1, 3 and 5%, the porous percentage of the samples was analyzed, resulting in 13.45%, 22.48% and 37.50%, respectively. As well as the homogeneity of the pores, the microstructure and the internal analysis of the pores by images. For the analysis of the mechanical behavior, the hardness, hardness and compression tests were performed, where the elastic modulus of 9.01 GPa, 5.19 GPa and 1.54 GPa were obtained for the materials with addition of 1, 3 and 5% of porogenic agent, respectively.

Keywords: 316L Stainless Steel, Porogenic Agent, Porosity, Biomaterial, Modulus of Elasticity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1:	Microestrutura do aço inoxidável 316L.....	20
Figura 2:	Comportamento biológico dos biomateriais: a) bioinertes e biotoleráveis; b) bioativos.....	23
Figura 3:	Etapas para fabricação de implantes a partir da metalurgia do pó com o uso de <i>space holders</i>	27
Figura 4:	Rota da metalurgia do pó convencional simplificada..... A) Gradiente de pressão gerado na prensagem uniaxial. B)	29
Figura 5:	Esquema de conformação por prensagem uniaxial unidirecional e bidirecional.....	31
Figura 6:	Micrografia do pó de aço AISI 316L.....	34
Figura 7:	Fluxograma do procedimento experimental.....	37
Figura 8:	Medidor de tamanho de partículas.....	39
Figura 9:	Microscópio eletrônico de varredura.....	39
Figura 10:	Moinho planetário de alta energia em funcionamento.....	40
Figura 11:	Prensa hidráulica utilizada em funcionamento.....	41
Figura 12:	Forno utilizado adaptado com um tubo de alumina.....	42
Figura 13:	Politriz automática utilizada.....	44
Figura 14:	Fonte de alimentação utilizada no ataque eletrolítico.....	46
Figura 15:	Microscópio utilizado.....	47
Figura 16:	Microdurômetro utilizado.....	48
Figura 17:	Equipamento utilizado para ensaio de compressão.....	49
Figura 18:	Micrografias obtidas no MEV do aço inoxidável 316L.....	51
Figura 19:	Gráfico de tamanho de partículas do aço inoxidável 316L.....	52
Figura 20:	Micrografias obtidas no MEV do agente porogênico; a) aumento de 1500X; b) aumento de 5000X.....	53
Figura 21:	Gráfico de granulometria do agente porogênico.....	53
Figura 22:	Micrografias das condições, aumento de 50X; a) Maior Porosidade; b) Porosidade Média; c) Menor Porosidade.....	57
Figura 23:	Efeito de cada parâmetro nos valores percentuais de porosidade...	60
Figura 24:	Interação dos principais efeitos obtidos pelo DOE para o aumento de porosidade no material.....	61

Figura 25:	Micrografia do aço inoxidável 316L puro sinterizado a 1250°C; aumento de 200X.....	62
Figura 26:	Imagens obtidas da condição de maior porosidade através de recursos do software ImageJ a) Análise superficial; b) Análise volumétrica e c) Análise de perfil cortado.....	64
Figura 27:	Imagens obtidas da condição de menor porosidade através de recursos do software ImageJ a) Análise superficial; b) Análise volumétrica e c) Análise de perfil cortado.....	65
Figura 28:	Imagens caracterizando o material puro; a) curva $\sigma \times \epsilon$ para o material; b) corpos de prova após o ensaio de compressão.....	68
Figura 29:	Imagens caracterizando o material na condição de menor porosidade; a) curva $\sigma \times \epsilon$ para o material; b) corpos de prova após o ensaio de compressão.....	69
Figura 30:	Imagens caracterizando o material na condição de porosidade média; a) curva $\sigma \times \epsilon$ para o material; b) corpos de prova após o ensaio de compressão.....	69
Figura 31:	Imagens caracterizando o material na condição de maior porosidade; a) curva $\sigma \times \epsilon$ para o material; b) corpos de prova após o ensaio de compressão.....	70
Figura 32:	Gráfico do módulo de elasticidade variando com a % de cera polimérica.....	72

LISTA DE TABELAS

Tabela 1:	Composição química do aço inoxidável 316L.....	19
Tabela 2:	Principais propriedades do aço inoxidável 316L.....	21
Tabela 3:	Principais propriedades mecânicas do osso cortical, em comparação ao aço inox 316L e às ligas de Ti.....	26
Tabela 4:	Vantagens e desvantagens da rota da metalurgia do pó.....	29
Tabela 5:	Especificações do aço inox 316L fornecidas pelo fabricante.....	38
Tabela 6:	Especificações da cera poliolefínica (agente porogênico) fornecidas pelo fabricante.....	38
Tabela 7:	Proporção das amostras.....	40
Tabela 8:	Parâmetros da sinterização utilizados.....	43
Tabela 9:	Parâmetros da politriz automática na análise da porosidade por imagens.....	45
Tabela 10:	Ensaio de dureza realizados com as respectivas cargas.....	48
Tabela 11:	Relação entre o tamanho das partículas e o volume (%) em que elas aparecem para o aço inoxidável 316L.....	52
Tabela 12:	Relação entre o tamanho das partículas e o volume (%) em que elas aparecem para o agente porogênico.....	54
Tabela 13:	Resultados obtidos para densidades [g/cm^3] a verde e por Arquimedes.....	55
Tabela 14:	Densificação para cada adição de agente porogênico.....	55
Tabela 15:	Condições selecionadas para sequência da pesquisa.....	56
Tabela 16:	Diâmetro do maior poro em cada condição.....	58
Tabela 17:	Resumo do resultado obtido no teste para 1 variância.....	59
Tabela 18:	Microdureza Vickers para cada condição.....	66
Tabela 19:	Dureza Vickers para cada condição.....	65
Tabela 20:	Resumo dos valores obtidos para o módulo de elasticidade com seus respectivos desvios padrão nas diferentes composições do material.....	71

LISTA DE SÍMBOLOS

ρ_V :	Densidade a verde
μ :	Mícron [10^{-6}]
Al_2O_3 :	Alumina
C:	Carbono
Cr:	Cromo
$Cr_{23}C_6$:	Carbeto de Cromo
E:	Módulo de Elasticidade [GPa]
Fe:	Ferro
h :	Altura do CP [mm]
Mn:	Manganês
Mo:	Molibdênio
Ni:	Níquel
P:	Fósforo
S :	Enxofre
Si:	Silício
T_f :	Temperatura de fusão [$^{\circ}C$]
Ti:	Titânio
ε :	Deformação [mm/mm]
σ :	Desvio Padrão
σ :	Tensão [MPa]
d :	Diâmetro do CP [mm]
m :	Massa do CP [g]
v :	Volume do CP [cm^3]

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AIAs:	Aços Inoxidáveis Austeníticos
ASTM:	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CFC:	Cúbica de Face Centrada
CP's:	Corpos de Prova
DOE:	<i>Design of Experiment</i>
HRB:	Escala de dureza Rockwell B
HRF:	Escala de dureza Rockwell F
HV:	Escala de dureza Vickers
LCE:	Laboratório de Caracterização Estrutural
LMM:	Laboratório de Metalurgia e Materiais
MEV:	Microscópio eletrônico de varredura
MG:	Minas Gerais
MIM:	Metalurgia do pó por injeção
MO:	Microscópio Óptico
MP:	Metalurgia do pó
MPC:	Metalurgia do pó convencional
SP:	São Paulo
UNIFEI:	Universidade Federal de Itajubá

SUMÁRIO

1. Introdução	15
2. Objetivo	17
2.1 Objetivo geral	17
2.2 Objetivo específico	17
3. Revisão Bibliográfica.....	18
3.1 Aços inoxidáveis	18
3.1.1 Aços inoxidáveis austeníticos (AIAs)	18
3.2 Biomateriais.....	21
3.2.1 Classificação dos biomateriais	22
3.2.2 Biomateriais metálicos	23
3.3 Agente porogênico.....	26
3.3.1 Materiais porosos.....	27
3.4 Metalurgia do pó.....	28
3.4.1 Obtenção dos pós.....	30
3.4.2 Mistura.....	30
3.4.3 Compactação	30
3.4.4 Sinterização	32
3.4.5 Metalurgia do pó em biomateriais	33
3.5 Conceitos estatísticos.....	34
3.5.1 Teste de hipótese	34
3.5.2 DOE.....	35
4. Materiais e Métodos	37
4.1 Materiais	38
4.1.1 Aço Inoxidável 316L.....	38
4.1.2 Cera Poliolefínica.....	38
4.2 Métodos	39
4.2.1 Caracterização dos Pós.....	39
4.2.2 Preparo das Amostras.....	40
4.2.3 Sinterização	42
4.2.4 Densidade	43
4.2.5 Preparo Metalográfica	44

4.2.6	Análise de Porosidade	45
4.2.7	Análise da Porosidade por Imagens	45
4.2.8	Ataque Químico	45
4.2.9	Análise Microscópica.....	46
4.2.10	Ensaio Mecânico	47
4.2.11	Testes Estatísticos	49
5.	Resultados e Discussão	51
5.1	Caracterização dos pós.....	51
5.1.1	Aço Inoxidável 316L.....	51
5.1.2	Agente Porogênico	52
5.2	Densidade e porosidade	54
5.2.1	Densidade	54
5.2.2	Porosidade	55
5.3	Testes estatísticos.....	58
5.4	Microestrutura.....	61
5.5	Análise Interna da Porosidade	62
5.6	Ensaio Mecânico.....	66
5.6.1	Microdureza Vickers	66
5.6.2	Dureza Vickers	66
5.6.3	Compressão	67
6.	Conclusão	73
7.	Sugestões de Trabalhos Futuros.....	74
8.	Referências Bibliográficas	75

1. Introdução

Perder um órgão ou alguma parte do corpo gera, além da perda da função, transtornos sociais e psicológicos. A aliança evolutiva entre a engenharia e a saúde, juntamente com outros ramos da ciência, motivadas pelo aumento da expectativa e da qualidade de vida, tem estimulado a busca por técnicas e recursos que proporcionem um maior conforto aos pacientes (ORÉFICE, 2006). O desenvolvimento de biomateriais faz parte disso, a tentativa de criação de bicompostos que atendam as expectativas, vem evoluindo ao longo dos anos (RODRIGUES, 2013).

Todo material que de modo contínuo ou intermitente, entra em contato com fluidos corpóreos, mesmo que esteja localizado fora do corpo, é conhecido como biomaterial (DEE *et al.*, 2002). Mas interações biológicas entre o material implantado e o tecido receptor ainda são um dilema, pois cada material gera uma resposta biológica distinta, sendo então necessários estudos e pesquisas para que se identifiquem as melhores condições, além do melhor custo benefício.

O aço inoxidável 316L está entre os mais utilizados devido às suas boas propriedades mecânicas e baixo custo, comparado a outros materiais comumente usados, como ligas de titânio, cobalto e vanádio. No entanto, implantes produzidos por esse material são, em geral, implantes não permanentes, devido à rejeição que podem apresentar após determinado tempo implantado (SU *et al.*, 2017).

A fim de melhorar a interação mecânica entre o implante e o osso, uma forma de provocar essa interação, é aumentar a porosidade do material. Neste trabalho esse aumento foi realizado através da adição de uma cera polimérica, que agiu como agente porogênico (volatizando na etapa de sinterização). Os poros na superfície irão permitir o crescimento celular no interior do biomaterial implantado, promovendo a fixação do tecido vivo ao implante por ancoragem mecânica. Esta ligação do tecido com o implante poroso é denominada fixação biológica, e pode suportar estados complexos de cargas (CAO, 1996; FERNANDES *et al.*, 2012).

Há grande diferença entre o módulo de elasticidade do osso e o módulo elástico do aço inoxidável 316L, material do implante. Essa propriedade para o osso cortical varia de 3,8 – 25 GPa, e para o osso esponjoso de 0,7 – 4 GPa, enquanto que para o aço inoxidável 316L ela é de 200 GPa (CARRASCO *et al.*, 2009).

O aparecimento de poros age na diminuição do módulo de elasticidade do material metálico implantado, na tentativa de aproximá-la do módulo elástico do osso. Pois, em geral, o elevado módulo elástico dos materiais metálicos, em relação ao do osso, provoca problemas de ancoragem mecânica nas próteses, o osso acaba não absorvendo os impactos, necessários para a saúde de um mineral vivo, o que gera a osteoporose (FARIA *et al.*, 2012).

Este trabalho visa apresentar o desenvolvimento de um aço inoxidável 316L poroso utilizando a cera polimérica como agente porogênico, através da rota de metalurgia do pó. Pois a busca por um material com propriedades mecânicas próximas as do osso humano, atreladas a um menor custo financeiro ainda é constante.

Com relação ao tamanho dos poros, é necessário que o diâmetro tenha, ao menos, 100 μm , para que os tecidos vasculares possam permear os poros e irrigar o tecido ósseo, que irá crescer nos poros, com fluxo sanguíneo (FONSECA, 2011; KARAGEORGIU, 2005).

2. Objetivo

2.1 Objetivo geral

Aumento da porosidade do aço inoxidável 316L através da adição de cera polimérica em diferentes concentrações, 0, 1, 3 e 5%, através da rota da metalurgia do pó. Estudando e analisando a influência da porosidade na microestrutura e propriedades mecânicas, com foco na diminuição do módulo de elasticidade do material, para que este seja o mais próximo possível ao do osso.

2.2 Objetivo específico

- Obtenção e caracterização do aço inoxidável poroso através da metalurgia do pó.
- Seleção das condições de Maior, Média e Menor Porosidade.
- Análise da porosidade interna do material com o auxílio do software *ImageJ*.
- Análise da influência da porosidade no módulo de elasticidade do material.

3. Revisão Bibliográfica

3.1 Aços inoxidáveis

Aços são ligas de vários elementos químicos, sendo os principais, o ferro e o carbono. Em 1912, a partir de experimentos, Harry Bearley adicionou cromo (Cr) em ligas ferrosas, no teor de 12,5%, almejando atingir o estado de passivação nesses materiais (STREICHER, 2000). A partir da constatação visual da ausência de regiões oxidadas estes aços foram denominados aços inoxidáveis. O nome se deu ao fato de que o cromo, em particular, protege o metal de ataques químicos, na grande maioria dos meios. A camada formada é chamada de passivadora, caracterizando-se principalmente pela presença do óxido de cromo (CAMPOS, 2009). O aço inoxidável, recém descoberto, possuía uma microestrutura predominantemente martensítica.

Depois das descobertas de Guillet, na França, e Giesen, na Alemanha, Monnartz desenvolveu os aços Fe-Cr-Ni, na Alemanha, originando os aços inoxidáveis conhecidos hoje como austeníticos (DAVIS, 1996).

Atualmente sabe-se da existência de cinco grandes classes de aços inoxidáveis: ferríticos, austeníticos, martensíticos, duplex, superduplex e endurecidos por precipitação. Cada uma dessas classes possui suas particularidades específicas, no entanto, de forma geral, têm algumas características em comum, como boa resistência (mecânica e química) a altas e baixas temperaturas, boa ductilidade e bom aspecto superficial, comumente lisos e pouco porosos. Devido a essas características, esses materiais são largamente utilizados em indústrias, tanto domésticas, quanto hospitalares, destacando-se na aplicação como biomateriais em implantes ortopédicos (CAMPOS, 2009).

Como o objetivo desta pesquisa está voltado para um aço inoxidável de matriz austenítica, somente este será tratado em detalhes.

3.1.1 Aços inoxidáveis austeníticos (AIAs)

Essa classe de aços inoxidáveis detém a maior parte da produção mundial dos inox. O aço austenítico (estrutura cristalina cúbica de fase centrada, não magnético), se destaca em relação aos outros aços inox no seu bom comportamento em relação a

resistência a corrosão. Em sua composição apresenta cromo (16-18% em peso) e níquel (12-15% em peso), responsáveis respectivamente, pelo aumento da resistência a corrosão e garantia da estabilidade da fase austenítica (ORÉFICE *et al.*, 2006).

Na aplicabilidade como biomaterial, o aço inoxidável 316L, matriz austenítica, se enquadra de forma mais eficaz, em relação às outras classes de aços inoxidáveis (RODRIGUES, 2013).

3.1.1.1 Aço inoxidável 316L

O aço inoxidável 316L destaca-se dentre os austeníticos devido, principalmente, ao seu baixo teor de carbono em sua composição química (Tabela 1).

Tabela 1: Composição química do aço inoxidável 316L

	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Fe
316L	≤ 0,03	≤ 2,00	≤ 1,00	16,00 - 18,00	10,00 - 14,00	2,00 - 3,00	Balanço

Fonte: Padilha, 1994.

Cada um destes elementos tem influência nas propriedades inerentes a este aço.

- *Cromo (Cr)*: é o elemento mais importante da liga, pois é o responsável pelo aumento da resistência à corrosão. Sua presença também é importante para a temperabilidade e ligeiramente para a resistência mecânica. Mas, sua adição deve ser controlada, visto que este desestabiliza a austenita, favorecendo a formação de outras fases (PADILHA e GUEDES, 1994).

- *Níquel (Ni)*: é o principal elemento estabilizador da austenita, juntamente com o cromo aumenta a resistência à corrosão (PADILHA e GUEDES, 1994).

- *Carbono (C)*: a característica principal deste elemento é o aumento da resistência mecânica do aço. Porém, pode gerar corrosão intergranular quando o material fica sujeito a temperaturas entre 420° e 870°C, forma-se o carbeto de cromo ($Cr_{23}C_6$), fenômeno conhecido como “sensitização” (PADILHA e GUEDES, 1994).

- *Silício (Si)*: aumenta a resistência à oxidação. Em solução sólida aumenta a resistência a corrosão localizada e a resistência mecânica do material em altas temperaturas (WASHKO e AGGEN, 1990).

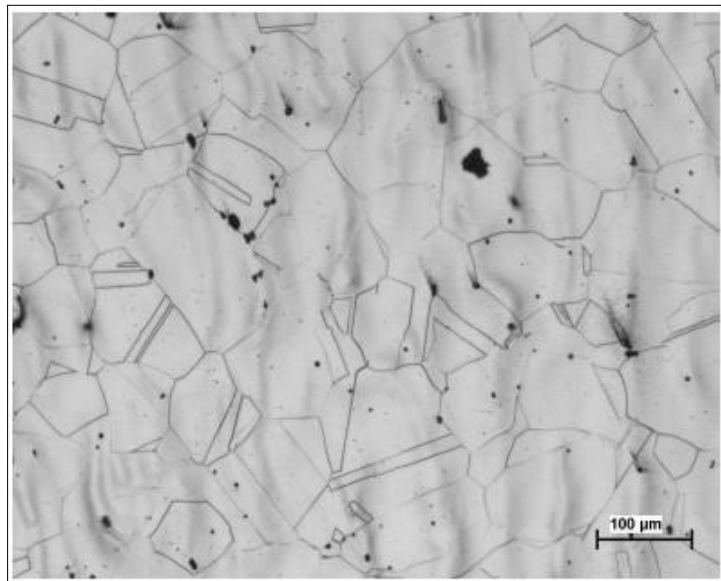
– *Molibdênio (Mo)*: em composições com o níquel e o cromo, melhora a corrosão e a resistência mecânica em altas temperaturas (SILVA e MEI, 2006).

– *Manganês (Mn)*: também atua como estabilizador da austenita. Este elemento não tem muita influência na resistência à corrosão (SILVA e MEI, 2006).

O aço inoxidável 316L não apresenta nenhuma fase secundária, além da fase austenítica. É válido ressaltar a vantagem de a microestrutura deste aço não apresentar formação de ferrita delta, visto que essa fase compromete o comportamento mecânico e biológico do material (KIANERSI *et al.*, 2014; GENG *et al.*, 2015; SILVA e OLIVEIRA, 2011). A Figura 1 apresenta a microestrutura austenítica do aço inoxidável 316L (LAGO *et al.*, 2017).

A Tabela 2 reuni as principais propriedades do aço inoxidável AISI 316L (ZIEȦALA *et al.*, 2016).

Figura 1: Microestrutura do aço inoxidável 316L



Fonte: Schwartzman, 2009

Tabela 2: Principais propriedades do aço inoxidável 316L

Propriedade	Valor Aproximado
Estrutura cristalina	Austenítica (CFC)
Densidade Fundido	7,9 – 8,0 g/cm ³
Densificação sinterizado a (1000°C e 1100°C)	68,7% – 84,5%
Ponto de Fusão	1500°C
Dureza Vickers (recozido)	155 HV
Microdureza Vickers (recozido)	215 – 225 HV
Módulo de Elasticidade	190 – 200 GPa

Fonte: Ziętała *et al.*, 2016

3.2 Biomateriais

Todo material empregado no interior do corpo humano com o objetivo de substituir ou reparar membros danificados ou lesões de origem muscular ou óssea é dito biomaterial. Superando este conceito, esse termo ainda pode ser definido como substância projetada para assumir uma forma que, isoladamente ou como parte de um sistema, é usada para dirigir, por controle de interações, componentes de sistemas vivos (GUERRA-FUENTES *et al.*, 2015).

Na Conferência do Instituto Nacional de Desenvolvimento de Consenso em Saúde, em 1982, os biomateriais foram definidos como: “Qualquer substância (outra que não droga) ou combinação de substâncias, sintética ou natural em origem, que possa ser usada por um período de tempo, completa ou parcialmente, como parte de um sistema que trate, aumente ou substitua qualquer tecido, órgão ou função do corpo” (HELMUS E TWEDEN, 1995), de maneira segura e viável, econômica e fisiologicamente (SILVA, 2007).

Os biomateriais devem ser isentos de produzir qualquer resposta biológica adversa local ou sistêmica, o material deve ser: não-tóxico, não-carcinogênico, não-antigênico e não-mutagênico. Em aplicações sanguíneas, eles devem também ser não-trombogênicos (SILVA, 2007).

Os requisitos para que um material desempenhe o papel de biomaterial são a biocompatibilidade e a biofuncionalidade, independente se são cerâmicos, poliméricos ou

metálicos (SILVA, 2006). Materiais biocompatíveis são aqueles que não provocam resposta inflamatória no organismo, e a biocompatibilidade funciona como uma garantia de que os materiais são seguros para o indivíduo (MAIA, 2010). A biofuncionalidade refere-se à capacidade do dispositivo funcionar com resposta adequada a aplicação específica, essa definição relaciona a biofuncionalidade a um conjunto de características que permitem o dispositivo realizar função semelhante ao que este está substituindo (BOSCHI, 1996).

3.2.1 Classificação dos biomateriais

Os biomateriais são classificados em cinco grupos, de acordo com seu grau de compatibilidade com o meio (BAUER *et al.*, 2013):

- *Incompatíveis*: liberam substâncias no organismo em concentrações tóxicas, que levam a rejeição do implante e/ou outros problemas de saúde.

- *Biotolerantes*: liberam substâncias tóxicas, mas em concentrações menores, que não afetam o corpo. O material sofre o processo de encapsulamento.

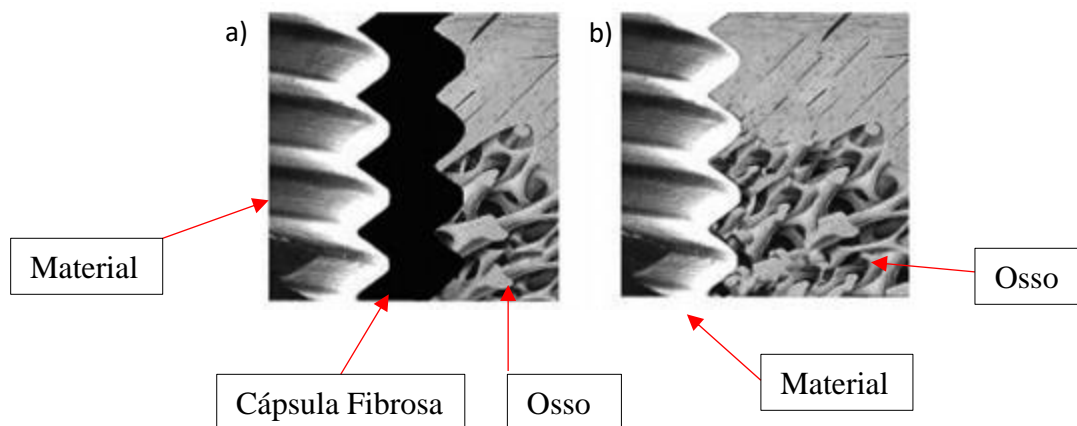
- *Bioinertes*: não liberam substâncias tóxicas nem induzem resposta positiva. Por serem quimicamente estáveis, praticamente não ocorre qualquer reação biológica, como inflamação, na utilização desses materiais. Sua invariabilidade não permite fortes ligações químicas com tecidos vizinhos, o que leva a ocorrência de um encapsulamento do implante, por uma camada de tecido fibroso não aderente (BEHRENS, SILVA, 2012).

- *Bioativos*: induzem interação positiva com o organismo. Interagem perfeitamente com o tecido vivo, sem a intervenção do tecido fibroso. A ligação química gerada entre o material e o próprio tecido vivo, também chamada de bioadesão, é gerada como resposta biológica (HANAWA, 1991).

- *Bioabsorvíveis ou Biodegradáveis*: são degradados pela ação dos fluidos corporais e desaparecem após determinado tempo. O biomaterial com esta característica permite a transferência do estresse gradual ao osso em consolidação, estimulando assim, o remodelamento ósseo após a lesão (HOVIS & BUCHOLZ, 1997). Além disso, esses implantes geram vantagens com a ausência da necessidade da remoção dos mesmos, depois de determinado tempo.

Na Figura 2 é possível observar o comportamento biológico dos biomateriais bioinertes e bioativos (GUASTALDI *et al.*, 2010).

Figura 2: Comportamento biológico dos biomateriais: a) bioinertes e biotoleráveis; b) bioativos



Fonte: Guastaldi *et al.*, 2010

3.2.2 Biomateriais metálicos

Os biomateriais metálicos são os mais utilizados, dentre todas as classes dos biomateriais. A partir do ano de 1565 há registros desse tipo de material sendo utilizado em procedimentos cirúrgicos. Desde então está presente na ortopedia, cirurgias orais, maxilo faciais e cardiovasculares (MAHAPATRO, 2015).

Esses materiais estão entre os mais utilizados, e o principal motivo do uso dos metais nesse contexto é sua elevada resistência mecânica, bem como sua ductilidade (TROMMER, 2006), quando comparados aos biomateriais poliméricos e cerâmicos, os metais apresentam propriedades mecânicas superiores (ZOU, RUAN, 2004), além da significativa biocompatibilidade (SILVA, 2007).

Dentre os biomateriais metálicos, os aços inoxidáveis, as ligas de cobalto-cromo, o titânio comercialmente puro e suas ligas, são os mais usados (ORÉFICE *et al.*, 2006).

O aço inoxidável 316L veio em substituição às ligas de Cobalto-Cromo, em hastes femorais de artroplastia total de quadril, visto que sua resistência à corrosão e excelentes propriedades mecânicas são superiores (JUNIOR, 2006). As ligas de titânio também são largamente utilizadas devido sua notável biocompatibilidade, grande resistência à fadiga e baixo módulo de elasticidade (GOMES, 2010).

Além das características já citadas para o titânio, este tem sido adotado para a confecção de vários dispositivos biomédicos devido à relação de resistência/peso desse material, assim como sua resistência à corrosão em meio orgânico e sua característica de biocompatibilidade, como já foi dito (CASTILHO *et al.*, 2006). Entretanto, o titânio é um metal de alto custo, podendo chegar a custar R\$ 200,00 por quilo, ao passo que o aço inoxidável 316L pode ser comercializado no valor de R\$ 20,00 por quilo. O que o coloca como uma alternativa potencial, uma vez que o custo é dez vezes inferior ao do titânio, e suas propriedades atendem a necessidade final da aplicação. Além do fato de que a demanda para gastos com implantes tem crescido cada vez mais (FARIA *et al.*, 2012).

De encontro com a realidade e o interesse no desenvolvimento de pesquisa nesse ramo, como já foi dito, o aço inoxidável 316L será tratado nessa dissertação.

3.2.2.1 Aço inoxidável 316L como biomaterial

Em 1926 iniciou-se o uso desses materiais em aplicações cirúrgicas, quando Strauss patenteou o aço inoxidável 18Cr-8Ni, contendo 2-4% de molibdênio e uma pequena porcentagem de carbono, com resistência a corrosão suficiente para implantação no corpo humano (ARAÚJO, 2004). O cromo, como já se sabe, é o responsável por essa resistência, uma parte de 11% em peso, ou mais, dele adicionados ao aço produz uma fina camada aderente de óxidos na superfície do aço inoxidável, que o protege ou o passiva em meios corrosivos (KRAUSS, 1995).

Os aços inoxidáveis são ligas de ferro-carbono, onde a adição de elementos como cromo, níquel, molibdênio e manganês favorecem a ocorrência, em temperatura ambiente, da estrutura cúbica de face centrada (CFC). Segundo a ASTM F 138, que é a norma sobre a utilização de aços inoxidáveis em implantes, os materiais para tal devem possuir estrutura austenítica, pois esta estrutura oferece melhor resistência à corrosão.

Para próteses e implantes, as ligas de aço inoxidável empregadas pertencem à série 300, em que a composição inclui: 16 – 20% de cromo, 10 – 15% de níquel, 2 – 4% de molibdênio e no máximo 0,08% de carbono. 316 e 316L destacam-se nessa série, principalmente o 316L, a presença de molibdênio em sua composição química aumenta sua resistência à corrosão em meios ácidos, além do menor teor de carbono aumentar a resistência à corrosão intergranular (TROMMER, 2006). Na Tabela 1 foi demonstrada a

composição química do aço inoxidável 316L completa, pode-se observar 16 – 18% de cromo, 10 – 14% de níquel, 2 – 3% de molibdênio e menos de 0,03% de carbono.

Esse aço apresenta melhores resultados em relação à deposição e desnaturação de proteínas, toxicidade ao sangue humano, deposição de plaquetas, redução do fibrinogênio, hemólise e destruição de leucócitos, em comparação a outros metais (ARAÚJO, 2004). Além disso, sua composição química faz com que eles tenham elevada resistência à corrosão, boa maleabilidade mecânica e flexibilidade. Contudo, é necessário um controle de suas composições químicas, através das especificações descritas por organizações de normas técnicas que limitam a porcentagem de seus elementos, visto que em meios fisiológicos esses aços podem sofrer corrosão (ALVES, 2005).

A corrosão é uma reação que pode causar rejeição no hospedeiro, infelizmente esse é um processo que demanda tempo após a implantação (CHEN & THOUAS, 2015; JACOBS *et al.*, 1999).

A resposta do sistema imunológico do organismo receptor é o que vai direcionar o desempenho do material implantado. Um biomaterial é reconhecido pelo corpo como um material estranho, logo uma inflamação crônica e encapsulamento fibroso são quase inevitáveis (ANDERSON *et al.*, 2016), ainda mais tratando-se do aço inoxidável 316L, que é um material bioinerte, ou seja, não induz à formação de ligações entre o meio e o implante e conseqüentemente não induz o crescimento de tecido ósseo (LEITE *et al.*, 2017).

Em geral, os biomateriais metálicos apresentam módulo de elasticidade, tensão de ruptura e tenacidade à fratura satisfatórios, capazes de suportar cargas de forma adequada, sem falhar. Por outro lado, sabe-se que quanto maiores forem os valores dessas propriedades mecânicas, maiores são as chances de que ocorra um problema entre a prótese e o osso implantado, a elevada diferença entre o módulo elástico do osso em relação ao do biomaterial metálico é a causa disto, visto que o ideal seria que estes valores fossem os mais próximos possíveis, para que possam trabalhar associados. Quando o biomaterial possui módulo de elasticidade muito superior ao do osso, ele acaba absorvendo toda a carga aplicada, o que pode levar a diminuição da massa óssea, que é a osteoporose. A Tabela 3 expõe as principais propriedades mecânicas do osso cortical em comparação com o aço 316L e às ligas de titânio (CHEN, THOUAS, 2015).

Tabela 3: Principais propriedades mecânicas do osso cortical, em comparação ao aço inox 316L e às ligas de Ti

Material	Módulo de Elasticidade (GPa)	Tensão de Ruptura (MPa)	Tenacidade à Fratura (MPa)
Osso cortical	3,8 – 25	130 – 150	2 – 12
Aço Inoxidável 316L	200	540 – 1000	100
Ligas de Ti	105 – 125	900	80

Fonte: Adaptado de Chen e Thouas, 2015

Na tentativa de melhorar a compatibilidade entre a prótese de aço inoxidável 316L e o osso implantado, desenvolveu-se esse material em uma forma mais porosa. Neste caso, adicionando cera polimérica, que na etapa da sinterização será volatilizada, gerando poros no interior do material.

3.3 Agente porogênico

Quando há a necessidade de se criar ou aumentar os poros no interior de um material, controlando ou não seu tamanho, comumente há a ação de um agente porogênico, um material degradável à temperatura abaixo da temperatura de fusão do material, permitindo assim o surgimento de poros induzidos (MONTRAZI, 2012).

Segundo Prado (2014), o planejamento do processo de fabricação é de extrema relevância, visto que a escolha do agente formador de poros implica na morfologia e tamanho desses poros, e por consequência, no desempenho do produto final.

A incorporação de agentes porogênicos fugitivos é o método mais utilizado para a formação de poros (CONSONNI, 2017). Consiste em adicionar um elemento disperso degradável e volátil com a temperatura de queima. Com isso, tais componentes sofrem decomposição durante a queima, formando uma estrutura com tamanho e volume de poros (abertos e/ou fechados) específicos, modificando a porosidade, resistência mecânica, entre outras coisas do material em que foi adicionado (FORTULAN *et al.*, 2006).

Os agentes porogênicos devem possuir algumas características, como: devem apresentar baixo coeficiente de expansão térmica, ser facilmente removíveis, não gerar

gases tóxicos e não deixar resíduos que possam alterar a bioatividade do material (CROVACE, 2010).

Uma infinidade de agentes porogênicos podem ser utilizados na fabricação de materiais micro e macroporosos, incluindo materiais orgânicos naturais e sintéticos, líquidos, sais e até mesmo metais (STUDART, 2006).

3.3.1 Materiais porosos

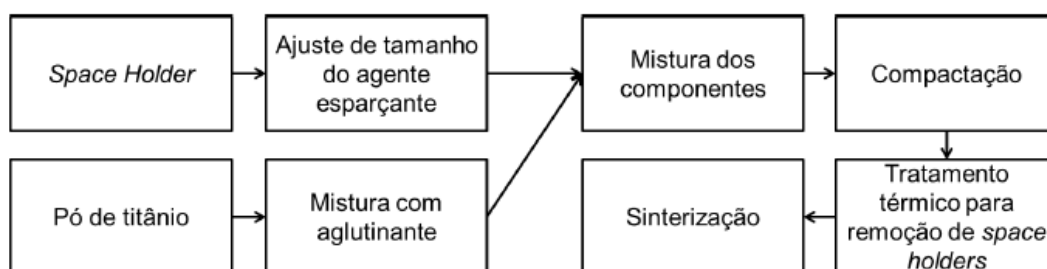
Materiais porosos são aqueles que possuem espaços vazios funcionais, chamados de poros. Em relação ao tipo de poro, estes podem ser divididos em materiais com poros abertos, interessante para aplicações onde o transporte de fluidos é necessário, e materiais com poros fechados, uso como suporte estrutural.

O processo de produção de materiais porosos define suas propriedades e estrutura porosa, como tipo de porosidade (aberta ou fechada), percentual de poros, dimensão e formato dos poros, uniformidade e conectividade (MOCELLIN, 2012).

A técnica de produção de poros via *space holders* ou também conhecida como agente espaçante tem sido utilizada é considerada simples de ser aplicada na produção de implantes porosos, pois são obtidos elevados níveis de porosidade e um melhor controle sobre os mesmos (BOMFIM, 2014; NOURI *et al.*, 2010).

Essa técnica já tem sido utilizada com titânio, com aplicação em implantes. Wenjuan *et al.* (2009) ilustram um quadro com etapas a serem seguidas para a fabricação de peças através da metalurgia do pó com o uso de *space holders* (Figura 3).

Figura 3: Etapas para fabricação de implantes a partir da metalurgia do pó com o uso de *space holders*



Fonte: Wenjuan *et al.*, 2009

A literatura expõe diferentes tipos de *space holders*, como polímeros naturais (GOIA, 2013), bicarbonato de amônio (LAPTEV & BRAM, 2015; MOREIRA, 2013), cloreto de sódio (NOVÁK *et al.*, 2012; TORRES *et al.*, 2014), carbamida (WENJUAN *et al.* 2009), ureia (VASCONCELLOS *et al.*, 2012), sacarose (JAKUBOWICZ *et al.*, 2013), magnésio (ESEN & BOR, 2007), entre outros. Cada componente exige um processo único de pré-sinterização para a sua remoção.

O uso da técnica *space holders* é considerada um método recente para obter porosidade e homogeneidade quando são fabricadas estruturas via metalurgia do pó (TORRES *et al.*, 2014).

3.4 Metalurgia do pó

A metalurgia do pó (MP) teve início por volta de 1920, na necessidade de se trabalhar com metais de alto ponto de fusão, como tungstênio ($T_f = 3400\text{ °C}$) e molibdênio ($T_f = 2620\text{ °C}$). Pois ainda não existiam equipamentos de fundição para suportar temperaturas tão altas (LOURENÇO, 2014).

Esse processo de fabricação é um significativo ramo da metalurgia que engloba a produção de partes e peças, a partir de pós, através da compactação e sinterização. Consiste na prensagem do pó metálico na forma desejada, seguida por aquecimento à elevada temperatura, abaixo do seu ponto de fusão (KLAR, 2005).

Vários fatores influenciam a resistência mecânica de peças produzidas via MP, enfatizando as condições de processamento, como: o método utilizado na obtenção dos pós, a pressão aplicada na produção dos compactos a verde, a temperatura, tempo e atmosfera de sinterização (PARK *et al.*, 2015).

O processo de metalurgia do pó baseia-se na obtenção de pó metálico e sua transformação por meio de etapas importantes, como compactação e tratamento de sinterização em temperaturas abaixo do ponto de fusão do material, resultando em produtos de alta precisão e propriedades desejadas (ASM Handbook, 2000, TRÜMMLER, OBERACKER, 1993).

Essa rota de fabricação tem inúmeras vantagens, comparadas a outras técnicas convencionais.

Tabela 4: Vantagens e desvantagens da rota da metalurgia do pó

Vantagens	Ausência de fase líquida; produção de ligas com alto ponto de fusão; menor desperdício de matéria prima; menor custo em produção de larga escala; confecção de peças com geometrias complexas; melhor qualidade superficial das peças acabadas.
Desvantagens	Alto custo para produção de baixa escala; alto custo inicial (obtenção de maquinário).

Fonte: Bolzoni *et al.*, 2016

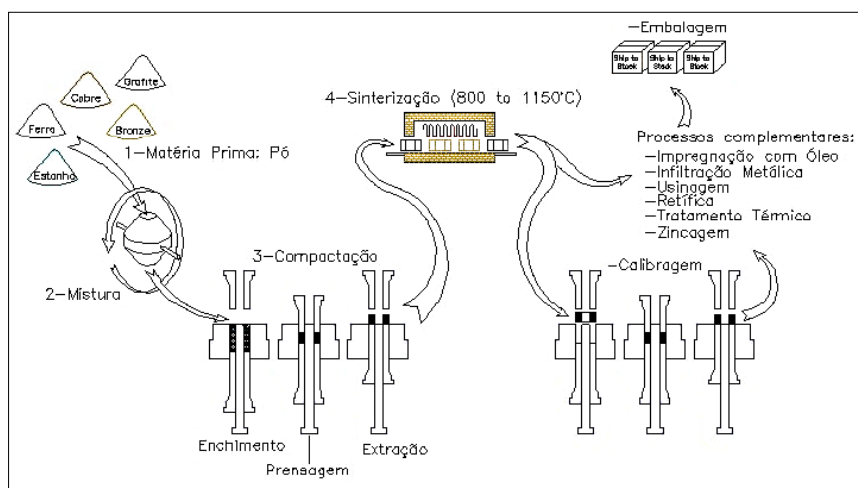
Há dois métodos básicos pelos quais a metalurgia do pó ocorre: convencional (MPC) e moldagem de pós metálicos por injeção (MIM) (SOUZA, 2009). A principal diferença entre as peças produzidas por MPC e MIM é a magnitude da pressão na etapa de compactação, na moldagem de pós por injeção é muito maior (SCHWANKE, 2000). Este trabalho concentrou-se e utilizou a metalurgia do pó convencional (MPC).

O processo de MPC possui as seguintes etapas (MARTINS, 2010):

- 1º. Obtenção dos pós por processos específicos;
- 2º. Mistura dos pós para conferir homogeneidade à peça;
- 3º. Compressão da mistura, extração da peça;
- 4º. Sinterização da peça;
- 5º. Dependendo do caso, a peça passa por um processo complementar para melhorar as tolerâncias (calibragem) e propriedades (tratamento térmico).

Também resumidas na Figura 4.

Figura 4: Rota da metalurgia do pó convencional simplificada



Fonte: Martins, 2010

3.4.1 Obtenção dos pós

Geralmente esta é a primeira parte do processo. Existem alguns métodos onde é possível a produção dos pós, como por exemplo, atomização à água e gás, moagem, *mechanical alloying*, eletrólise e métodos químicos, abrangendo a redução de óxidos, entre outros (TRUDEL, 1998; SURYANARAYANA *et al.*, 2001).

3.4.2 Mistura

Etapa em que a produção da liga desejada é feita, promovendo a homogeneização da matéria prima. Misturadores próprios para metalurgia do pó podem ser utilizados (em “V” ou “Y”), ou ainda um moinho de esferas. Em alguns casos é comum a adição de um lubrificante específico, para diminuir o atrito entre as partículas de pó, assim como o atrito destas com o ferramental (SALGADO, 2002).

3.4.3 Compactação

Compactação ou prensagem é a etapa do processo no qual o pó é prensado dentro de uma matriz rígida, sob ação de determinação pressão, com o objetivo de unir as partículas em determinado formato. A etapa de compactação inclui inicialmente o preenchimento da matriz com o pó, seguido da aplicação da pressão e por último a remoção da peça do interior da matriz (BAJPAI *et al.*, 2015).

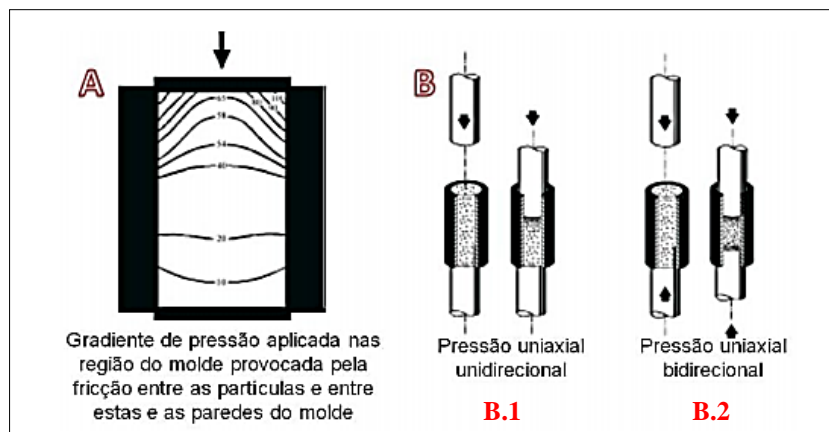
O processo de compactação gera um rearranjo e deformações das partículas, levando a criar ligações intergranulares (OLIVEIRA, 2008).

Tendo em vista o processo, os principais objetivos da prensagem são: a consolidação do pó em formato predeterminado, a diminuição dos efeitos de variação dimensional na próxima etapa (sinterização), e atingir o nível de porosidade desejada (OLIVEIRA, 2008).

Prensagem uniaxial, prensagem isostática a quente e prensagem isostática a frio são os principais métodos de prensagem empregados. Eles se diferenciam quanto ao modo como a pressão é aplicada, o meio de prensagem, a matriz de compactação e a temperatura durante o processo. Cada um desses métodos é indicado para determinada aplicação (GU *et al.*, 2006).

A mais utilizada, tanto na indústria quanto em pesquisa, é a prensagem uniaxial. Isto ocorre devido ao seu baixo custo, facilidade de operação e bom rendimento de produção. Na compactação uniaxial, o material em pó é inserido na matriz rígida, sofrendo em seguida a aplicação de uma carga uniaxial (unidirecional ou bidirecional), Figura 5, para compactar o pó até que reduza ao máximo o tamanho e o volume dos poros intergranulares, que acontece por deslizamento das partículas através da deformação plástica. Assim, o material atinge resistência mecânica a verde suficiente, através do maior empacotamento entre as partículas (maior densidade a verde), para que seja posteriormente tratado termicamente (KUFFNER, 2018).

Figura 5: A) Gradiente de pressão gerado na prensagem uniaxial. B) Esquema de conformação por prensagem uniaxial unidirecional e bidirecional



Fonte: Amorós, 2001

A parte A da Figura 5 demonstra o efeito da pressão uniaxial aplicada unidirecionalmente (demonstrada na parte B, B.1), gradientes de densidade causados pela distribuição irregular da pressão, que pode levar a defeitos no compactado. A utilização de matrizes com dupla ação dos pistões de compressão (parte B, B.2) fornece um compactado com melhor distribuição de densidade, pois são aplicadas pressões iguais em ambas as partes da matriz, o que diminui os gradientes de densidade (AMORÓS, 2001).

Quando a densidade de um corpo a verde é tratada, implicitamente, a porosidade do material também está sendo exposta. Visto que uma é o inverso da outra. Quanto mais denso é um material, menos poroso ele é. E o contrário também é verdadeiro.

A porosidade tem grande efeito sobre as propriedades mecânicas e físicas de um material e é bastante estudado. Este funciona como um concentrador de tensão, e pode desempenhar um importante papel na falha do material (SARTORI, 2015).

3.4.4 Sinterização

A sinterização é um tratamento térmico geralmente utilizado em metais, podendo ser aplicado a outros materiais como cerâmicos ou compósitos. Seu principal objetivo é aumentar a resistência mecânica do material que anteriormente foi compactado.

De acordo com Raju e Yoon (2016), a resistência mecânica é alcançada na sinterização, pela difusão atômica. As partículas, em contato umas com as outras, e com a alta temperatura do processo (geralmente 80% da temperatura de fusão do material), promovem uma ligação metalúrgica entre si, a difusão atômica.

A alta temperatura normalmente confere à massa de pó aglomerada as propriedades físicas e mecânicas desejadas, pois o contato mútuo do material, termicamente ativado, faz com que este adquira resistência mecânica. Em muitas ocasiões, conseqüentemente há a eliminação dos espaços vazios existentes entre as partículas, resultado em um corpo rígido e completa ou parcialmente denso (SILVA, ALVES JUNIOR, 1998).

No processo de fabricação por metalurgia do pó, a sinterização é a última etapa. Esta ocorre em três fases: aquecimento (inicial), manutenção da temperatura (intermediária) e resfriamento (final). Inicialmente no pré-aquecimento ocorre a liberação do lubrificante (que pode ou não ter sido usado da etapa de compactação); em seguida, na zona de sinterização, onde a peça compactada é aquecida abaixo do ponto de fusão do material ou do componente de liga de maior concentração, inicia-se também o processo de difusão no estado sólido; por último, tem-se a etapa de resfriamento, no qual o material é levado à temperatura ambiente (FARIA, 2012).

Com esse tratamento térmico, que é a sinterização, tem-se o objetivo de chegar ao formato final desejado para a peça, atingindo as propriedades químicas e mecânicas através das ligações atômicas entre as partículas vizinhas (ARNDT, 2002). O que gera a contração volumétrica do material, levando a mudanças de massa, e variações na densidade, além de mudanças nas dimensões e na geometria do compactado.

Basicamente existem dois tipos de sinterização: a sinterização por fase sólida e a sinterização por fase líquida. A força motora para a ocorrência de qualquer tipo de sinterização é a diminuição da energia livre superficial do conjunto de partículas, esta diminuição ocorre por meio do desaparecimento da interface material/poro, que é substituída pela interface material/material, quando a porosidade desaparece (BRITO *et al.*, 2007). Ambos os tipos de sinterização são capazes de densificar total ou parcialmente a estrutura, sendo que com o primeiro tipo é possível se obter uma estrutura com porosidade controlada, enquanto que o fechamento total da porosidade pode ser obtido através da sinterização por fase líquida (SILVA, ALVES JUNIOR, 1998). O processo de sinterização por fase sólida é o mais utilizado, sendo a difusão atômica o mecanismo de transporte de massa neste tipo de tratamento térmico.

3.4.5 Metalurgia do pó em biomateriais

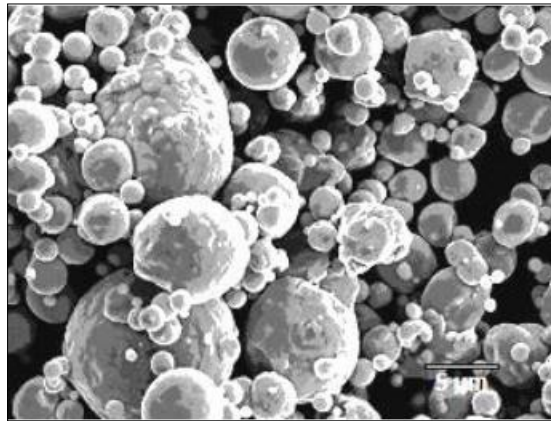
Os materiais que são produzidos pelo processo de fabricação da metalurgia do pó têm superfície rugosa devido à concentração de poros que o próprio procedimento induz, superior àqueles produzidos por processos de fundição convencionais, que em geral apresentam superfície lisa. Para a aplicação que este trabalho está direcionado isso é vantajoso, visto que uma alta concentração de macroporos (100 a 800 μm) interconectados por microporos ($< 10 \mu\text{m}$), pode facilitar a biocompatibilidade, pois a penetração dos fluidos corporais no material aumenta (LI *et al.*, 2016).

A Figura 6 mostra uma micrografia de MEV de partículas de pó do aço inoxidável AISI 316L. Ele, assim como os outros biomateriais metálicos, podem ser desenvolvidos com superfícies lisas ou rugosas, dependendo da aplicação. Em geral, àqueles produzidos pelo processo de fundição convencional são lisos, com porcentagem de poros muito baixas. Por outro lado, os fabricados pela metalurgia do pó demonstram superfície áspera, o que é muito favorável no caso de implantes. A superfície rugosa aumenta a osteointegração, em consequência do crescimento de tecido ósseo sobre a superfície do implante sem que haja o crescimento de tecido fibroso no contato osso/implante. A superfície áspera ou rugosa que materiais produzidos pela rota da metalurgia do pó possuem é de extrema importância na osteointegração, devido a biocompatibilidade gerada (ANDERSON *et al.*, 2016; MILLERET *et al.*, 2011; PALMAZ *et al.*, 1999).

Segundo Henriques (2005), a metalurgia do pó é uma rota de fabricação mais viável na obtenção de componentes com estrutura porosa, cuja característica é muito

importante para a osseointegração de implantes. Além de que, através desse método é possível alcançar produtos de forma mais rápida e econômica do que por outros processos de fabricação, além de minimizar os desperdícios, e produção de peças com composições químicas específicas (SIKORA-JASINSKA et al., 2017).

Figura 6: Micrografia do pó de aço AISI 316L



Fonte: Bonaldi, 2010

3.5 Conceitos estatísticos

A história da qualidade relata que os conceitos estatísticos assumiram um papel importante nas empresas e pesquisas. Segundo Chew (1957), a estatística é a arte de adquirir conhecimento através da coleta, análise e interpretação das informações.

Os tópicos a seguir tratam sucintamente de conceitos estatísticos que foram utilizados no desenvolvimento deste projeto.

3.5.1 Teste de hipótese

Os testes estatísticos são regras de decisões, vinculadas a um fenômeno da população, que nos possibilitam avaliar, com o auxílio de uma amostra, se determinadas hipóteses (suposições, conjecturas, algo qualquer que um pesquisador esteja estabelecendo) podem ser rejeitadas, ou não (BUSSAB, 1986).

Hipóteses estatísticas são suposições ou afirmações que podem ser verdadeiras ou não, referentes a uma ou mais populações. A veracidade ou falsidade de hipóteses

estatísticas *nunca* é uma resposta exata, a menos que, se examine toda a população, o que é impraticável na grande maioria das situações (DOWNING, 1989).

Com isso, uma amostra aleatória da população é tomada, e com base nesta amostra a hipótese é estabelecida, podendo ser verdadeira ou falsa. Em estatística, trabalha-se com dois tipos de hipóteses: hipótese nula e hipótese alternativa.

A hipótese nula é a hipótese de igualdade. Comumente, esta é formulada com o objetivo de ser rejeitada. A rejeição desta envolve a aceitação da outra hipótese, cognominada de alternativa. A hipótese alternativa é a definição operacional da hipótese de pesquisa, a que se deseja comprovar (WONNACOTT, 1985).

Para a conclusão da aceitação ou rejeição de determinada hipótese, com base em um conjunto de dados, faz-se uso de ferramentas objetivas que permitem decidir sobre a veracidade ou falsidade de tal hipótese. A ferramenta utilizada nesta pesquisa foi o valor do *p-value*.

Para o caso em questão, o Teste para 1 Variância será utilizado. Este é usado para estimar a variância ou o desvio padrão de uma população e para comparar o valor a um valor referencial. Empregando esta análise é possível determinar se o desvio padrão difere do valor hipotético especificado (Support Minitab, 2017).

O teste consiste na validação da hipótese nula ou da hipótese alternativa. Para analisar essas hipóteses utiliza-se o valor de *p-value*, se este for maior do que 0,05 a hipótese nula é verdadeira, já se *p-value* for menor ou igual a 0,05 a hipótese alternativa é verdadeira.

3.5.2 DOE

DOE – *Design of Experiment* – ou, em português, Projeto de Experimento, caracteriza-se por um teste ou uma série de testes onde são induzidas variações nos parâmetros de entrada (*inputs*) do processo, sendo possível identificar os efeitos nas respostas ou nas variáveis de saída (*outputs*) (GALDÁMEZ, 2002).

Segundo Montgomery (1991), técnicas de planejamento e análises de experimentos são utilizadas para melhorar as características de qualidade dos produtos ou processos de fabricação, reduzir o número de testes e otimizar o uso de recursos. Button (2001), retrata mais detalhadamente a finalidade dessa técnica:

- Identificar as variáveis (fatores de controle) do processo que mais influenciam nos parâmetros de resposta de interesse;
- Atribuir valores às variáveis influentes do processo de modo que a variabilidade da resposta de interesse seja mínima ou que o valor do resultado (parâmetro de qualidade) seja próximo do valor nominal;
- Atribuir valores às variáveis influentes do processo de modo que o efeito das variáveis não controláveis seja reduzido.

Para esta pesquisa o uso do DOE teve como objetivo principal o primeiro ponto citado acima: *Identificar as variáveis (fatores de controle) do processo que mais influenciam nos parâmetros de resposta de interesse.*

De acordo com Montgomery (1991), para investigar o efeito provocado por dois ou mais fatores de controle, nas respostas de experimentos, é recomendado o uso de técnicas clássicas de planejamento, como: técnica de planejamento fatorial completo, fatorial fracionado ou experimentos com pontos centrais.

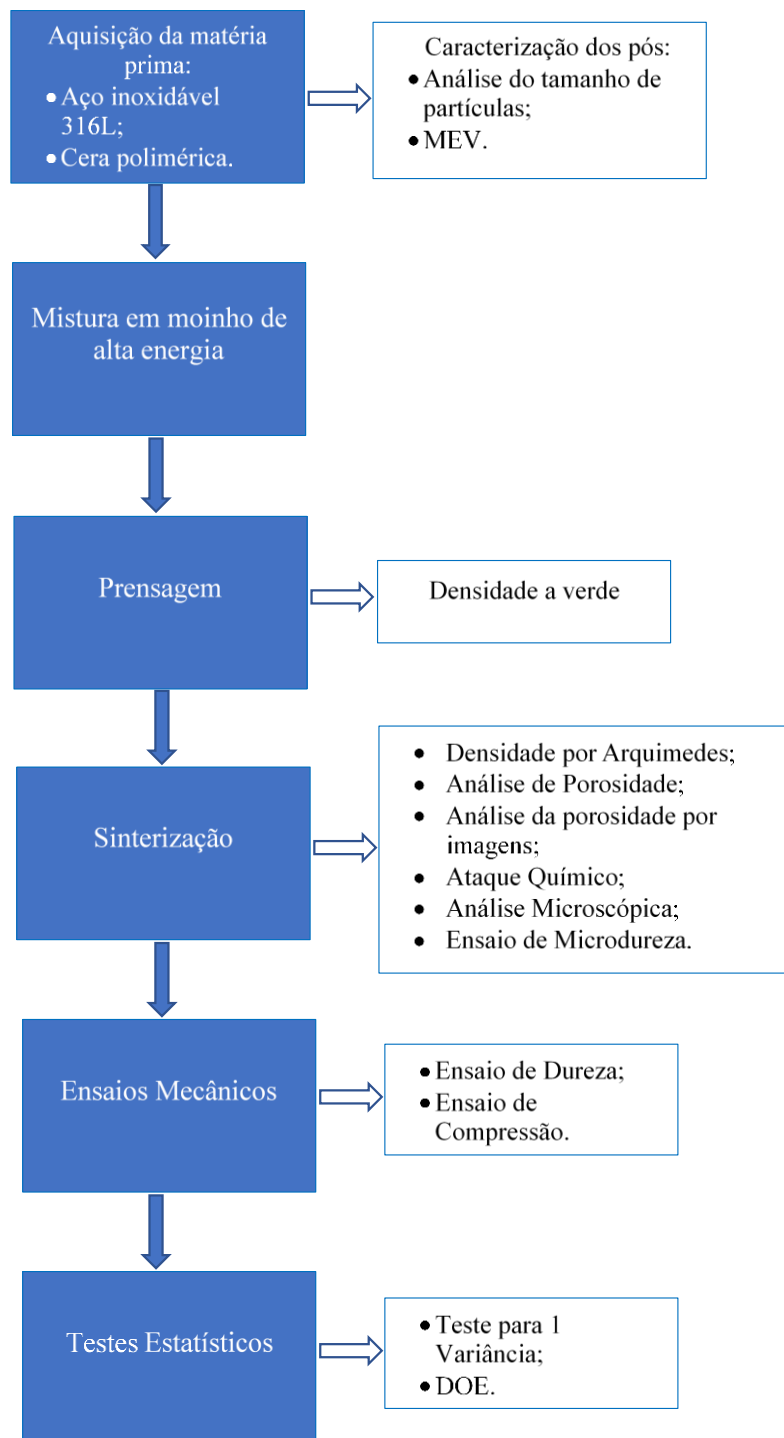
Ainda é válido apresentar dois importantes conceitos dentro deste assunto.

- Variáveis de resposta: são as variáveis dependentes que apresentaram resultados após a realização dos experimentos, a partir da modificação dos fatores de ajuste do processo. Podem existir uma ou mais variáveis de resposta relevantes (WERKEMA & AGUIAR, 1996).
- Fatores de controle: são os parâmetros que podem ser alterados deliberadamente no experimento. O objetivo é analisar o comportamento das variáveis de resposta conforme a variação destes fatores. Podendo assim, determinar os principais fatores de controle do processo (JURAN *et al.*, 1951; WERKEMA & AGUIAR, 1996).

4. Materiais e Métodos

Nesta seção serão apresentados os procedimentos desse trabalho, juntamente com as técnicas e métodos utilizados. O fluxograma da Figura 7 traz um resumo do que será feito.

Figura 7: Fluxograma do procedimento experimental



Fonte: Autor

4.1 Materiais

4.1.1 Aço Inoxidável 316L

O aço inoxidável AISI 316L utilizado foi cedido pela empresa Höganäs (Mogi das Cruzes/SP), na forma de pó. O pó foi obtido pelo processo de atomização a gás com morfologia esférica com granulometria controlada, conforme especificação do fabricante, Tabela 5.

Tabela 5: Especificações do aço inox 316L fornecidas pelo fabricante

Composição Química	Cr – 16,59% Ni – 12,98% Si – 0,95% P – 0,019% Mn – 0,3% Mo – 2,18% C – 0,02% S – 0,004% Fe - bal
Densidade Aparente	2,2 g/cm ³
Granulometria	> 100 Mesh* – 46,5%

*100 mesh equivale a 149 µm.

4.1.2 Cera Poliolefínica

O agente porogênico utilizado nesta pesquisa foi uma cera polimérica, cera poliolefínica, em forma de pó. Esta foi fornecida pela empresa MEGH[®] Ceras e Emulsões (São Paulo/SP). As especificações do fabricante estão descritas na Tabela 6.

Tabela 6: Especificações da cera poliolefínica (agente porogênico) fornecidas pelo fabricante

Aspecto a 25°C	Pó
Cor	Branco a levemente amarelado
Ponto de fusão	105°C – 120°C
Granulometria	8 µm
Aplicação Técnica	Tintas e vernizes

4.2 Métodos

4.2.1 Caracterização dos Pós

Na caracterização dos pós foram executados dois procedimentos: a análise dos tamanhos de partículas, realizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE), da Universidade Federal de Itajubá – Itajubá (MG) (UNIFEI), com o equipamento da marca *Microtrac*, modelo *Turbotrac* (Figura 8); e a análise da morfologia dos pós no microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca Carl Zeiss, modelo EVO MA15, também realizado no Laboratório de Caracterização Estrutural, da UNIFEI/ MG (Figura 9).

Figura 8: Medidor de tamanho de partículas



Fonte: Site do LCE

Figura 9: Microscópio eletrônico de varredura



Fonte: Site do LCE

4.2.2 Preparo das Amostras

4.2.2.1 Mistura

Foram preparadas três composições do pó de aço inoxidável 316L com o pó da cera poliolefínica para a mistura, além dos testes realizados na amostra pura (sem o agente porogênico), a fim de investigar a melhor relação entre as massas, cumprindo o objetivo deste projeto. As proporções utilizadas encontram-se na Tabela 7.

Tabela 7: Proporção das amostras

Aço Inox 316L	99%	97%	95%
Cera polimérica	1%	3%	5%

Ambos os materiais já foram obtidos em forma de pó, com uma granulometria (aço inoxidável $\approx 149 \mu\text{m}$; cera polimérica $\approx 8 \mu\text{m}$), logo não foi necessário realizar o processo de moagem. Portanto, o aço inox e a cera polimérica foram inicialmente misturados manualmente em um almofariz, e em seguida misturados em um moinho planetário de alta energia da marca *Noah-Nuota*, modelo NQM, conforme a Figura 10.

Figura 10: Moinho planetário de alta energia em funcionamento



Fonte: Autor

As misturas foram inseridas juntamente com as esferas (diâmetros de 9, 7 e 6 mm) em um jarro de aço inoxidável, no suporte do moinho, com atmosfera inerte. A proporção entre a massa do material e a massa das esferas foi de 1/6. A velocidade de rotação do moinho foi ajustada para 150 rpm, por 30 minutos. Utilizou-se baixa rotação e baixo tempo com a finalidade de misturar da matéria-prima.

4.2.2.2 Prensagem

Posteriormente foi realizada a prensagem uniaxial em uma prensa hidráulica da marca *Schulz 15T* (Figura 11). Os corpos de prova foram confeccionados com carga de 5 toneladas-força, que proporciona uma pressão de compactação aproximadamente 990 MPa. A matriz usada foi de 8 mm de diâmetro, e os corpos de prova (CP's) destinados a análise micrográfica e microdureza pesaram, em pó, 1,3 g cada enquanto que os determinados para ensaios de dureza e compressão pesaram em torno de 4,0 g cada.

Figura 11: Prensa hidráulica utilizada em funcionamento



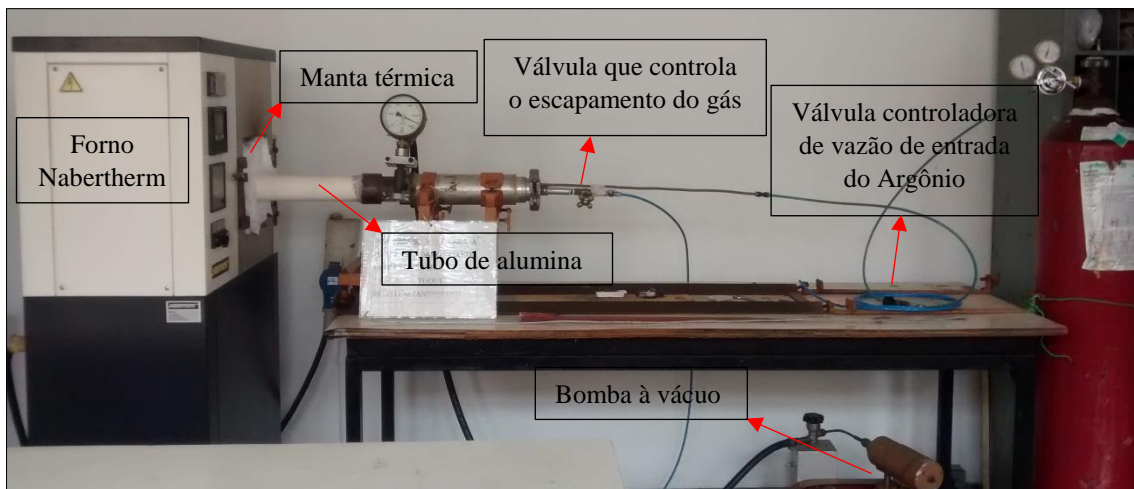
Fonte: Autor

Após a prensagem cada um dos corpos de prova foi pesado na balança marca *Shimadzu AUY 220* (precisão de 0,0001g), e medido o diâmetro e altura com paquímetro universal analógico *Digimess* (capacidade 150 mm e precisão de 0,05 mm).

4.2.3 Sinterização

Na rota da metalurgia do pó o tratamento térmico de sinterização ocorre logo após a prensagem. Os CP's foram submetidos a sinterização em atmosfera inerte de Argônio N5 (99,999% de pureza). O forno utilizado é da marca *Nabertherm* adaptado com um tubo de alumina (Figura 12).

Figura 12: Forno utilizado adaptado com um tubo de alumina



Fonte: Autor

Os parâmetros empregados no forno (Tabela 8) foram definidos tendo como base artigos científicos (JI *et al.*, 2001).

O tratamento térmico de sinterização foi realizado em seis rampas distintas (Tabela 8), com um CP de cada percentual de adição do agente porogênico (0, 1, 3 e 5%) por vez. Contudo, para analisar a repetibilidade do processo, foi realizada a sinterização três vezes para cada rampa.

Após a etapa de sinterização os CP's foram pesados e medidos (com a mesma balança e paquímetro citados anteriormente), para o cálculo da densidade a verde, e densidade por Arquimedes. Para assim, selecionar as condições de Maior Porosidade, Porosidade Média e Menor Porosidade para as posteriores análises do trabalho.

Tabela 8: Parâmetros da sinterização utilizados

Rampa	Taxa de Aquecimento [°C/min]	Temperatura do Patamar 1 [°C]	Tempo do Patamar 1 [min]	Temperatura do Patamar 2 [°C]	Tempo do Patamar 2 [min]
1	5	400	30	1200	120
2	10	500	45	1200	120
3	5	400	30	1250	90
4	10	500	45	1250	90
5	5	400	30	1290	60
6	10	500	45	1290	60

4.2.4 Densidade

Para determinação da densidade do material sinterizado foram feitos os cálculos das densidades a verde, e das densidades com base no princípio de Arquimedes. É possível calibrar a balança da marca *Shimadzu* AUY 220 para exibir a densidade por Arquimedes a partir da densidade da água, e do peso molhado do CP.

A densidade a verde foi calculada com base na Equação 1:

$$\rho_v = \frac{m}{v} = \frac{m}{\left(\frac{\pi d^2}{4}\right) \cdot h} \quad [g/cm^3] \quad (1)$$

Onde,

m : Massa do CP [g]

v : Volume do CP [cm³]

d : Diâmetro do CP [mm]

h : Altura do CP [mm]

Para a medida da densidade por Arquimedes os corpos de prova ficaram imersos em água destilada por no mínimo 24 horas. A massa úmida foi medida e em seguida a densidade exibida, com base na densidade da água de 0,9971 g/cm³, para a temperatura de 25°C da mesma. O ensaio de Arquimedes teve como base a norma ASTM C20-00.

4.2.5 Preparo Metalográfica

Dentro do preparo metalográfico estão incluídos os seguintes procedimentos: embutimento, lixamento e polimento.

Foi realizado o embutimento a quente. O equipamento utilizado foi uma embutidora da marca *Arotec*, modelo PRE 30Q. Na maioria das amostras foi utilizado o baquelite preto para o embutimento, mas em outras foi usada a resina acrílica da marca Teclago, ambas com a mesma finalidade. A escolha de qual baquelite usar dependeu da disponibilidade das mesmas no laboratório.

Em seguida, os CP's foram lixados em uma lixadeira automática da marca *Arotec*, modelo Aropol 2V. Foram utilizadas lixas de grana 100, 400, 800 e 1200, nessa ordem.

E por último, o polimento foi executado em uma politriz automática da marca *Allied* (Figura 13). Utilizou-se alumina (Al_2O_3) de 0,3 μm como substância abrasiva do polimento.

Figura 13: Politriz automática utilizada



Fonte: Autor

Durante e após o polimento as amostras foram devidamente lavadas e secas para acompanhamento do processo em microscópio óptico (MO).

4.2.6 Análise de Porosidade

Até essa etapa da metodologia todos os corpos de prova passaram pelos mesmos procedimentos. A partir dos resultados dessa análise foram selecionadas as condições que foram estudadas nos próximos passos: Maior Porosidade, Porosidade Média, Menor Porosidade e Condição Pura.

Essa análise foi realizada em um microscópio óptico marca *Olympus*, modelo BX41M, no Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI, em conjunto com o software computacional *Stream Basics*. Foram realizadas cinco imagens em cada amostra (4 nas bordas e 1 no centro), com o aumento de 100 vezes.

4.2.7 Análise da Porosidade por Imagens

Essa etapa foi realizada nas condições de Maior e Menor Porosidade, para que fosse possível visualizar o caminho dos poros no interior da amostra. Ela consistiu em fazer uma endentação na amostra, com o microdurômetro, com força de 2,94N.

Em seguida foram realizados sucessivos polimentos na politriz automática, de 1 minuto cada. Após cada minuto de polimento a amostra era devidamente lavada e seca, e em seguida era feita uma imagem, usando sempre a endentação como referencial. O número de micrografias para as amostras foi variável, visto que foram feitas imagens até que a endentação sumisse. A Tabela 9 resume os parâmetros utilizados na politriz para esse procedimento.

Tabela 9: Parâmetros da politriz automática na análise da porosidade por imagens

Rotações (RPM)	70
Força (N)	43
Tempo do ciclo (min)	1

Fonte: Autor

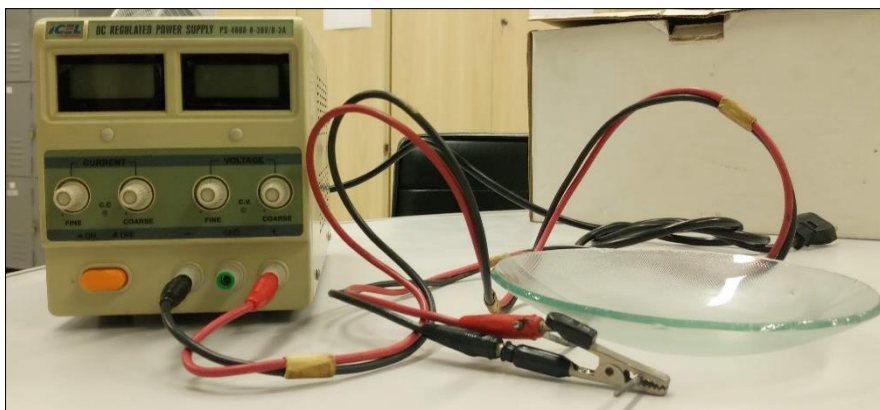
4.2.8 Ataque Químico

Para revelar e constatar o comportamento microestrutural da amostra foi realizado o ataque químico. Como o único material presente em todas as amostras é o aço

inoxidável 316L, pois a cera polimérica foi volatilizada no forno, a microestrutura de todas as amostras é semelhante. Por isso, para o ataque e visualização da microestrutura, foi selecionada a amostra que apresentou menor porosidade percentual, logo uma amostra pura, pois quanto menos poros, maior é a superfície microestrutural aparente.

O ataque realizado foi o eletrolítico com ácido oxálico (concentração de 10% em água destilada), com 5V. O tempo de ataque foi de 80 segundos. A fonte de alimentação utilizada é da marca Icel Manaus, modelo PS – 4000.

Figura 14: Fonte de alimentação utilizada no ataque eletrolítico



Fonte: Autor

4.2.9 Análise Microscópica

A análise microscópica, assim como a análise de porosidade, foi realizada no microscópio óptico marca *Olympus*, modelo BX41M, no Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI (Figura 15), em conjunto com o software computacional *Stream Basics* para a obtenção das micrografias. Os aumentos utilizados para obtenção das imagens foram 50X, 100 X e 200X.

Através das imagens pode ser observado se a sinterização foi eficaz, ou seja, se houve ou não difusão entre as partículas.

Figura 15: Microscópio óptico utilizado



Fonte: Autor

4.2.10 Ensaios Mecânicos

Foram realizados três ensaios mecânicos, ensaio de microdureza, ensaio de dureza e ensaio de compressão nas amostras selecionadas.

4.2.10.1 Microdureza

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado nos CP's selecionados dentro das condições pré-estabelecidas na análise de porosidade. Em cada corpo de prova analisado foram feitas 20 medidas de microdureza, com força de 1,96 N. O ensaio foi realizado de acordo com as normas ASTM E92 e ASTM E384.

O equipamento utilizado é um Microdurômetro da marca Beijing TIME High Technology Ltda, modelo TH712, também disponível do LMM (UNIFEI) (Figura 16). Para as medidas a superfície da amostra deve estar polida, conforme a norma ASTM 1327-99.

Figura 16: Microdurômetro utilizado



Fonte: Autor

4.2.10.2 Dureza

O ensaio de dureza realizado foi o de dureza Vickers. Contudo, na condição de maior porosidade (5% de cera polimérica adicionada) não foi possível realizar o ensaio, pois o material não suportou as cargas, devido a expressiva presença de poros (vazios), o que diminui drasticamente a resistência a deformação plástica. A Tabela 10 resume os ensaios de dureza, e as respectivas cargas utilizadas.

Tabela 10: Ensaios de dureza realizados com as respectivas cargas

Condição	Ensaio de Dureza	Pré Carga	Carga
Menor Porosidade	HV	-	5 Kg
Porosidade Média	HV	-	5 Kg
Maior Porosidade	Não foi possível realizar o ensaio		

4.2.10.3 Compressão

Foram realizados seis ensaios de compressão para cada uma das condições. Como já foi dito anteriormente, os CP's pesaram aproximadamente 4,0g, e as dimensões, assim

como os parâmetros do ensaio ocorreram segundo a norma ASTM E9. Estes ensaios foram realizados no laboratório de ensaios destrutivos e não destrutivos da UNIFEI e o equipamento utilizado foi a Máquina Universal de Ensaio *Instron* 8801 (Figura 17) com capacidade máxima de 10 toneladas de carga.

Figura 17: Equipamento utilizado para ensaio de compressão



Fonte: Autor

4.2.11 Testes Estatísticos

4.2.11.1 Teste para 1 Variância

O Teste para 1 variância foi utilizado para análise da homogeneidade dos poros nas microestruturas em cada um dos casos de adição do agente porogênico. Ele foi realizado com base nos dados obtidos para porosidade na análise do software computacional *Stream Basics* (Tópico 4.2.6).

4.2.11.2 DOE

Com o objetivo de visualizar estatisticamente os fatores que mais influenciaram nos percentuais de porosidade obtidos, dentre os parâmetros utilizados, utilizou-se *Design of Experiments (DOE)*. Assim como no teste anterior, os dados utilizados para esta análise foram os obtidos através do software computacional *Stream Basics* (Tópico 4.2.6).

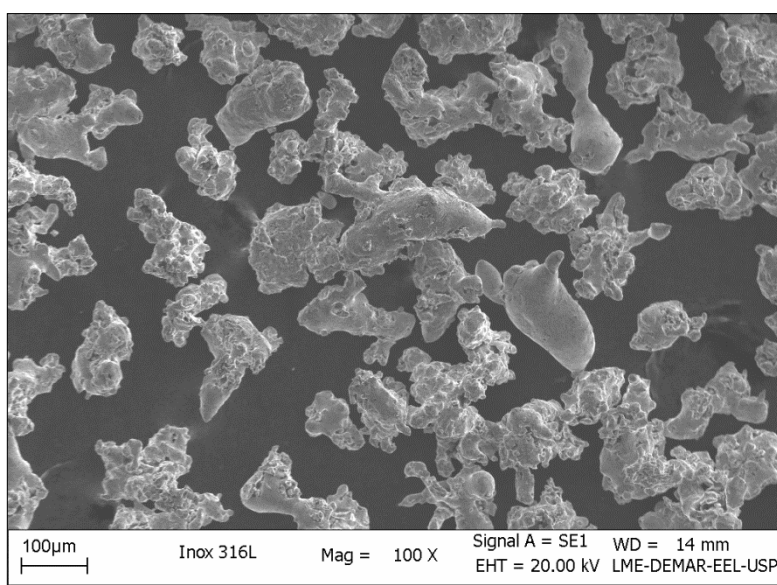
5. Resultados e Discussão

5.1 Caracterização dos pós

5.1.1 Aço Inoxidável 316L

A Figura 18 revela a micrografia do pó do aço inoxidável 316L como recebido. Pode ser notado que há predominância de partículas com morfologia de volume irregular, e tamanho variando entre 20 e 300 μm .

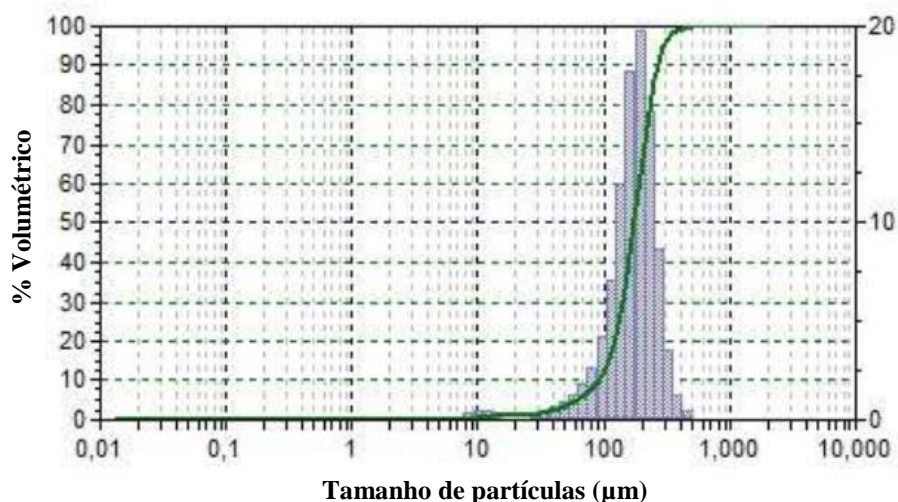
Figura 18: Micrografias obtidas no MEV do aço inoxidável 316L



Fonte: Autor

A Figura 19 mostra o resultado obtido no ensaio de granulometria para o aço inoxidável 316L, o gráfico gerado apresenta a relação de tamanho de partícula e o percentual volumétrico. A curva é um histograma assimétrico unimodal, com pequena porcentagem de partículas na faixa de 10 – 50 μm , e a maior concentração entre 90 e 300 μm .

Figura 19: Gráfico de tamanho de partículas do aço inoxidável 316L



Fonte: Autor

A Tabela 11 expõe os resultados de granulometria obtidos para o aço inoxidável 316L.

Tabela 11: Relação entre o tamanho das partículas e o volume (%) para o aço inoxidável 316L

Diâmetro da partícula (µm)	Percentual volumétrico de partículas (%)
176,00	98,60
10,73	1,40

É observado que o maior volume percentual se situa na faixa do tamanho de partículas entre 90 e 300 µm, pois 98,6% das partículas estão com diâmetro de diâmetro de 176 µm. Os outros 1,4% de partículas têm 10,73 µm de diâmetro, valor este que está dentro da faixa citada em observação ao gráfico, 10 – 50 µm.

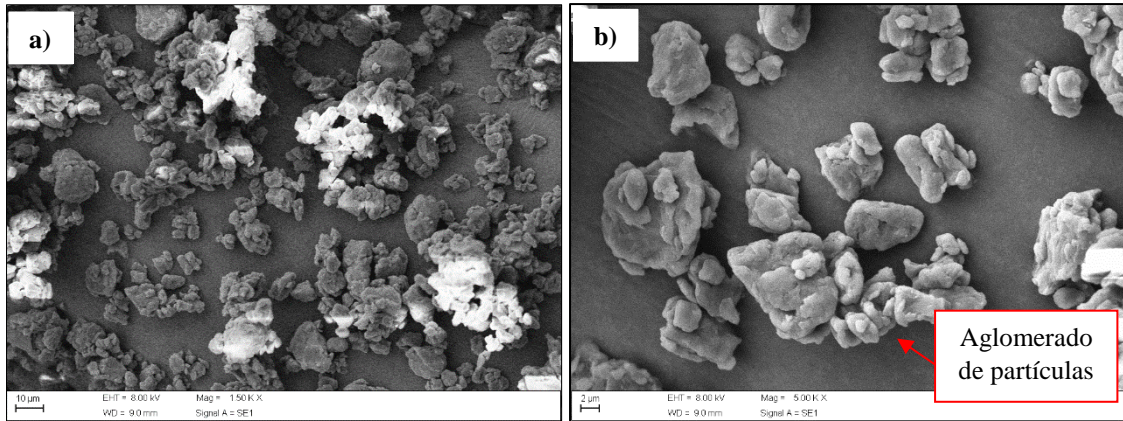
5.1.2 Agente Porogênico

As caracterizações para o agente porogênico foram as mesmas realizadas para o aço inoxidável.

Na Figura 20 pode ser observada a morfologia das partículas. Estas caracterizam-se por apresentar volume irregular, tamanho variando de 3 a 11 µm e aglomerações. Os

pontos claros na imagem são consequências da metalização com ouro realizada no material antes da análise em MEV.

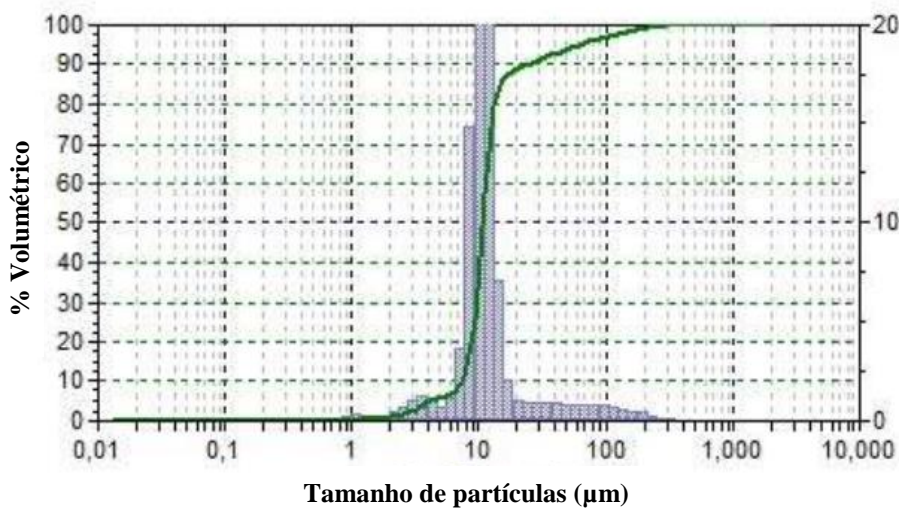
Figura 20: Micrografias obtidas no MEV do agente porogênico; a) aumento de 1500X; b) aumento de 5000X.



Fonte: Autor

A Figura 21 exibe o resultado obtido no ensaio de granulometria para o agente porogênico, o gráfico tamanho de partícula versus percentual volumétrico. A curva obtida também é um histograma assimétrico unimodal, tem-se a maior concentração de partículas por volta de 10 µm de tamanho, e a menor na faixa de 2 – 5 µm.

Figura 21: Gráfico de granulometria do agente porogênico



Fonte: Autor

A Tabela 12 expõe os resultados de granulometria obtidos para o agente porogênico.

Tabela 12: Relação entre o tamanho das partículas e o volume (%) em que elas aparecem para o agente porogênico

Diâmetro da partícula (μm)	Percentual volumétrico de partículas (%)
10,74	94,60
3,06	5,40

Observa-se que os resultados vistos na tabela condizem com o que foi visto no gráfico (Figura 21), 94,60% sendo o maior volume percentual de partículas, apresenta diâmetro de 10,74 μm , e 5,40% representa diâmetros particulares de 3,06 μm .

Comparando os resultados dos tamanhos de partículas do aço inoxidável 316L e do agente porogênico é possível visualizar que o aço inox 316L é 93,9% maior em relação ao agente porogênico.

5.2 Densidade e porosidade

Após as análises dos materiais percursores, foi feita a adição do agente porogênico no aço inoxidável 316L nas concentrações de 1, 3 e 5%, em seguida foram misturados, compactados e sinterizados. Após as etapas de compactação e sinterização foram medidos a densidade e o percentual poroso das amostras.

A densidade e a porosidade de uma amostra são grandezas inversamente proporcionais. Os tópicos a seguir tratarão os resultados obtidos para essas duas propriedades.

5.2.1 Densidade

Foram calculadas as densidades a verde (após a compactação) e pós a sinterização, pela técnica de Arquimedes. A Tabela 13 apresenta as médias e os desvios padrão dos resultados.

Tabela 13: Resultados obtidos para densidades [g/cm^3] a verde e pós sinterização

	A verde		Pós sinterização	
	Média	DesvPad	Média	DesvPad
Puro	6,76	0,11	6,80	0,39
1%	6,62	0,04	6,65	0,35
3%	6,16	0,05	6,17	0,33
5%	5,67	0,07	5,72	0,31

Observa-se que os valores obtidos são coerentes entre si. Comparando os valores obtidos na densidade a verde e pós sinterização, eles não tiveram diferenças significativas, pois os poros gerados no interior do material mantiveram as partículas distantes, dificultando a difusão entre elas. Com o aumento do percentual de agente porogênico adicionado se nota diminuição na densidade.

A densidade do aço inoxidável 316L proveniente do processo de fundição é de 7,9 – 8,0 g/cm^3 (AMANOV *et al.*, 2017). Com os valores obtidos, foram calculadas as densificações para cada caso de adição do agente porogênico. Na Tabela 14 observa-se esses resultados.

Tabela 14: Densificação para cada adição de agente porogênico

Puro	84,73%
1%	82,94%
3%	77,01%
5%	71,16%

Quanto maior a adição de agente porogênico, menor é a densidade final da amostra, visto que há o aumento de porosidade.

Comparando a densidade do inox 316L sem a adição de agente porogênico e com 5% em peso, verifica-se uma variação de 13,57% o que certamente influenciará em suas propriedades mecânicas.

5.2.2 Porosidade

A porosidade das amostras foi analisada após o tratamento térmico de sinterização. A análise da porosidade é feita por imagens, em cada imagem foram

medidos os percentuais porosos de 5 regiões. E depois a porosidade média da amostra é encontrada.

Os resultados obtidos na porosidade foram os instrumentos classificatórios para os passos seguintes do estudo. A partir deles que as condições de Maior Porosidade, Porosidade Média e Menor Porosidade foram selecionadas.

Lembrando que dentro do objetivo do trabalho deseja-se aumentar a porosidade do aço inoxidável 316L com a adição de agente porogênico, as condições serão escolhidas de acordo com o grau de porosidade.

O maior valor, o valor médio e o menor valor encontrados para a porosidade estão na Tabela 15, referenciando a rampa de sinterização utilizada em cada caso e o percentual de agente porogênico.

Tabela 15: Condições selecionadas para sequência da pesquisa

Condição	Adição de agente porogênico	Rampa de sinterização	% Porosidade
Maior Porosidade	5%	1	37,50
Porosidade Média	3%	6	22,48
Menor Porosidade	1%	5	13,45

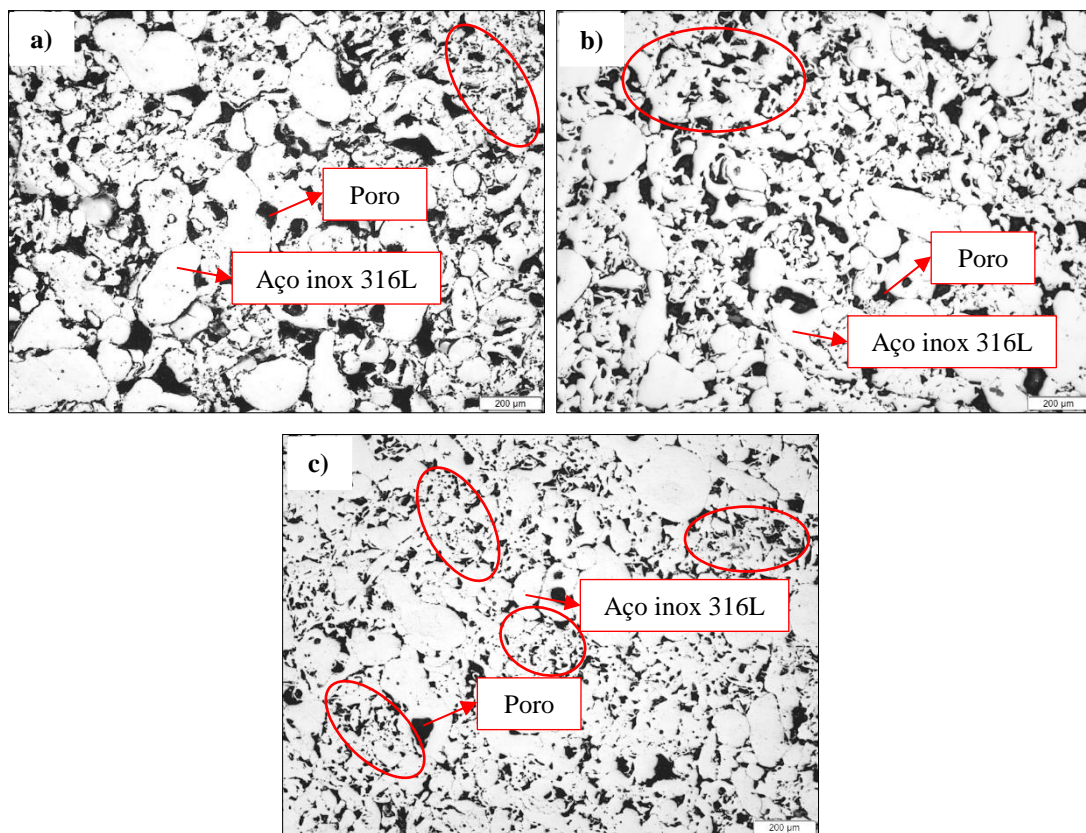
O percentual poroso nas condições está diretamente relacionado com a quantidade de agente porogênico na mistura, já que a pressão de compactação de todos os CP's foi a mesma.

A Figura 22 são micrografias obtidas na análise de porosidade. A Figura 22 (a) é a condição de Maior Porosidade, sinterizada a 1200°C por 120 minutos e taxa de aquecimento de 5°C/min, a Figura 22 (b) é a condição de Porosidade Média, sinterizada a 1290°C por 60 minutos e taxa de aquecimento de 10°C/min, e a Figura 22 (c) é a condição de Menor porosidade, sinterizada a 1290°C por 60 minutos e taxa de aquecimento de 5°C/min.

Nas micrografias a região clara representa a partícula de aço inoxidável 316L, e a região escura são os poros. É possível observar nas imagens como a condição de Maior Porosidade apresentou poros maiores em tamanho, assim como em maior quantidade, e a Menor Porosidade apresentou poros menores e em menor quantidade. Estando a condição de Porosidade Média entre estas.

Baseada nas características microestruturais, de conectividade entre as partículas do pó do aço inoxidável 316L, pode-se observar o início do processo de difusão (circulado em vermelho nas micrografias). É possível notar que na condição de Menor Porosidade (Figura 22 (c)), foi onde ocorreu de forma mais eficaz, pois com menos vazios na microestrutura, maior a proximidade entre as partículas, o que facilita a difusão, já que esta depende do contato entre as mesmas.

Figura 22: Micrografias das condições, aumento de 50X; a) Maior Porosidade; b) Porosidade Média; c) Menor Porosidade.



Fonte: Autor

Observando as micrografias da Figura 22 não se pode afirmar ao certo se a distribuição de poros é homogênea ou não nas três condições. No Tópico 5.3.1 isto será analisado com ferramentas estatísticas, o que garante maior confiabilidade de resultados já que inclui todos os dados obtidos na análise.

Além do percentual poroso, ainda é possível obter o tamanho do diâmetro do maior poro em cada condição (Tabela 16). Segundo Fonseca (2011), um biomaterial deve ter poros com no mínimo 100 µm de diâmetro, para uma eficaz osteointegração. Como

observado na Tabela 16, em todas as condições foram obtidos poros com o tamanho exigido na literatura.

Tabela 16: Diâmetro do maior poro em cada condição

Condição	Diâmetro do Maior Poro (μm)
Maior Porosidade	496,10
Porosidade Média	302,37
Menor Porosidade	170,19

Entretanto, os resultados obtidos para os diâmetros do maior poro nas condições de maior, menor e média porosidade podem ser considerados suficientes para estimar o tamanho dos poros em cada condição, se a distribuição de poros for homogênea na microestrutura, o que será analisado no Tópico 5.3.1.

5.3 Testes estatísticos

A fim de garantir maior confiabilidade nas análises da distribuição dos poros nas microestruturas e no fator de maior relevância nos percentuais porosos obtidos, foram realizados testes estatísticos.

5.3.1 Teste Estatístico – Teste para 1 Variância

O Teste para 1 variância foi utilizado para análise da homogeneidade dos poros nas microestruturas em cada um dos casos da adição do agente porogênico.

Pode-se dizer que observar visualmente a distribuição dos poros nas imagens não é o suficiente. Para garantir a veracidade dessa afirmação foi utilizado o Teste para 1 Variância do software estatístico *Minitab*®.

Para este teste foi especificado o desvio padrão igual a 3, como hipótese nula, como parâmetro de homogeneidade dos poros, $\sigma = 3$, e desvio padrão maior do que 3 como hipótese alternativa, $\sigma > 3$.

Com os dados obtidos para o percentual poroso nas condições de 1, 3 e 5% de adição do agente porogênico, classificadas como condições de Menor Porosidade, Porosidade Média e Maior Porosidade respectivamente, estes foram adicionados ao *Minitab*, que realizou o teste selecionado e forneceu o resultado resumido na Tabela 17.

Tabela 17: Resumo do resultado obtido no Teste para 1 variância

Condição	<i>P - value</i>
Maior Porosidade	0,000
Porosidade Média	0,057
Menor Porosidade	0,426

A partir dos valores encontrados para os *p-value* a homogeneidade em cada um dos casos é analisada.

Para este teste o erro de significância é do tipo I, ou seja 5%, logo, se o *p-value* for maior que 0,05 a hipótese nula, que foi admitida como parâmetro para a execução do teste, de que a distribuição é homogênea é verdadeira. Portanto, se este valor for menor que 0,05, a hipótese alternativa é verdadeira, logo distribuição não homogênea. Em síntese:

- Condição de Maior Porosidade: *p-value* < 0,05 – distribuição de poros não homogênea;
- Condição de Porosidade Média: *p-value* > 0,05 – distribuição de poros homogênea;
- Condição de Menor Porosidade: *p-value* > 0,05 – distribuição de poros homogênea.

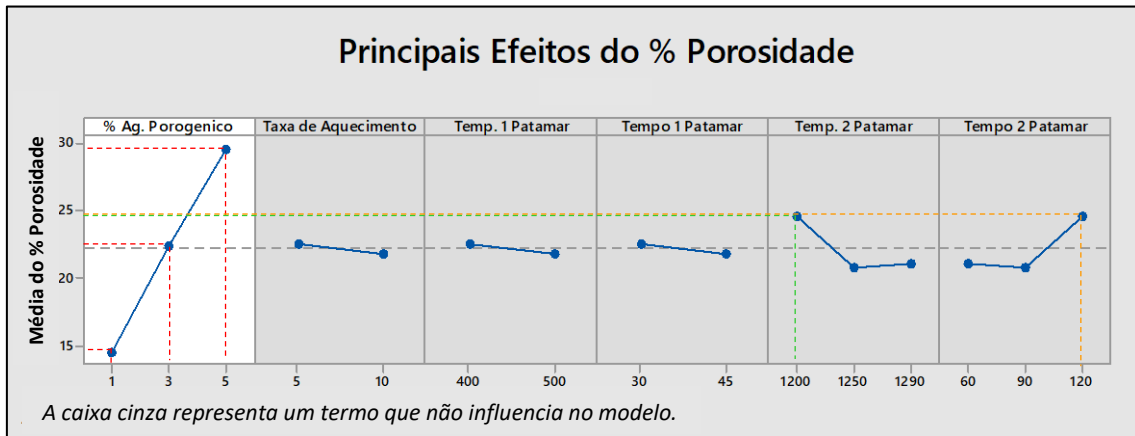
É desejável que a distribuição de poros seja homogênea para que os efeitos da porosidade na microestrutura do material seja o mesmo ao longo de um corpo onde este material será aplicado.

5.3.2 Teste Estatístico – DOE

Para avaliar estatisticamente os fatores que mais influenciaram no percentual de porosidade, utilizou-se *Design of Experiments (DOE)*.

Como visto na Tabela 8 os parâmetros envolvidos no processo de sinterização são: percentual (%) de agente porogênico, taxa de aquecimento, temperatura do 1º patamar, tempo do 1º patamar, temperatura do 2º patamar e tempo do 2º patamar. A Figura 23 mostra os efeitos de cada um desses parâmetros nos valores percentuais de porosidade obtidos.

Figura 23: Efeito de cada parâmetro nos valores percentuais de porosidade



Fonte: Autor

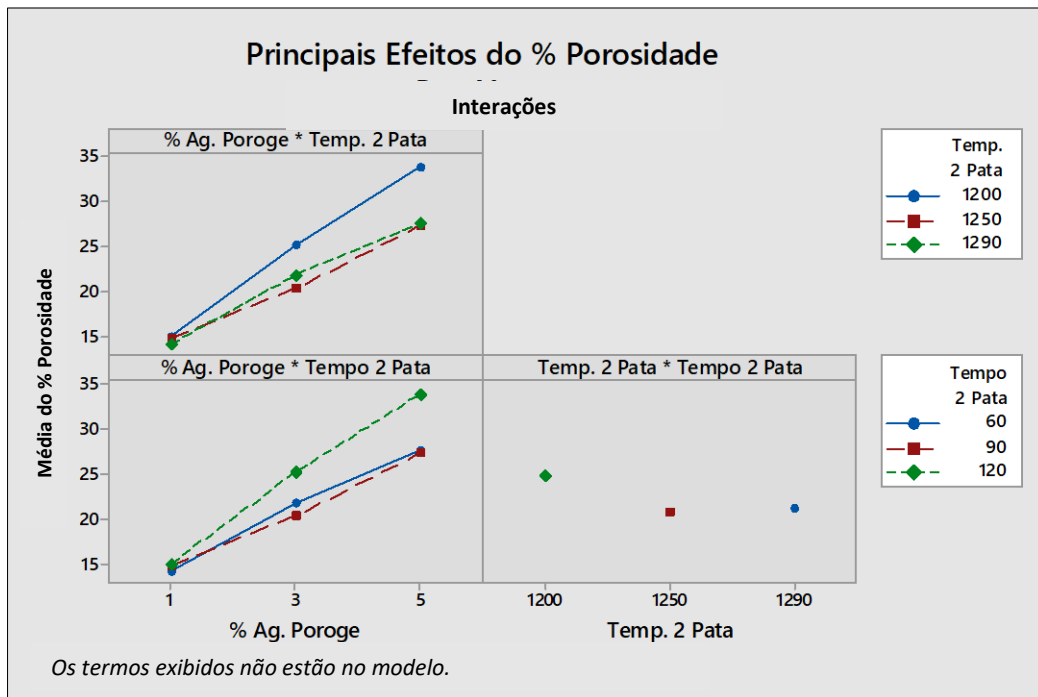
O resultado do teste exibe a nota de que “A caixa cinza representa um termo que não influencia no modelo.”. O único parâmetro que traz relevância significativa para o resultado do percentual de porosidade nas amostras é a quantidade de agente porogênico adicionado.

A resposta obtida já era esperada, visto que a adição de 5% de adição apresenta maior percentual poroso, seguida por 3% e por último, 1% (vide as linhas tracejadas em vermelho na Figura 23).

Ainda pode ser observado na Figura 23 que os parâmetros temperatura do segundo patamar (Temp. 2 Patamar) e tempo do segundo patamar (Tempo 2 Patamar) tem os traços mais inclinados, o que significa maior influência nos resultados obtidos, diferente do que acontece nos outros parâmetros, que tem os traços aproximando-se de uma reta horizontal. Dentro ainda dessa observação pode-se dizer que a temperatura de 1200°C no patamar 2 (vide as linhas tracejadas em verde na Figura 23) teve mais influência do que as outras temperaturas utilizadas nesse parâmetro, assim como o tempo de sinterização 2 de 120 minutos (vide as linhas tracejadas em laranja na Figura 23) também teve mais relevância para o percentual poroso do que os de 60 e 90 minutos.

A partir dos resultados anteriores ainda foi realizado o teste de interação desses três parâmetros relevantes, % Ag. Porogênico, Temp. 2 Patamar e Tempo 2 Patamar, ilustrado na Figura 24.

Figura 24: Interação dos principais efeitos obtidos pelo DOE para o aumento de porosidade no material



Fonte: Autor

De acordo com o *software* as caixas cinzas apontam que nenhuma das interações é relevante para os percentuais de porosidade obtidos nesta pesquisa. Isto significa que a análise da mutualidade dos parâmetros em questão, não tiveram influências simultâneas nos resultados de porosidade.

No entanto, o único parâmetro significativamente relevante nos resultados do aumento do percentual de poros no interior de um material é a quantidade de agente porogênico adicionado na mistura. Dito isto, não foram necessários mais experimentos.

5.4 Microestrutura

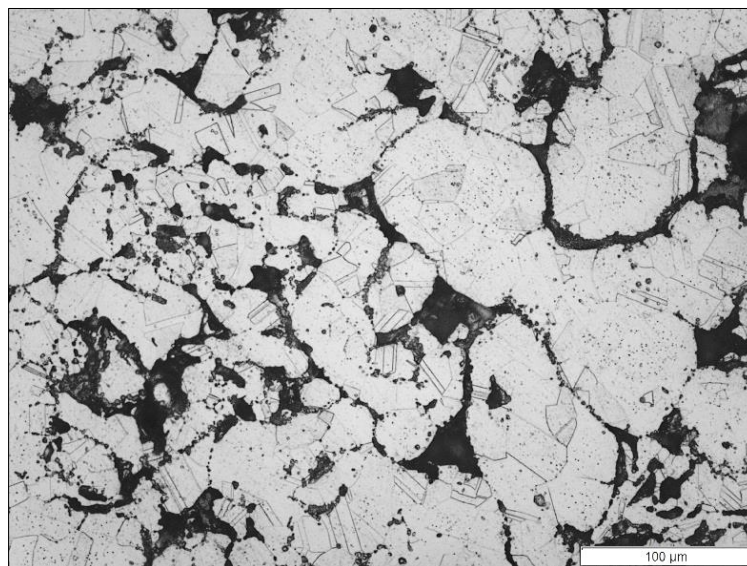
A matriz de todas as condições é a mesma, pois em todos os casos se trata do aço inoxidável AISI 316L, e a cera polimérica volatiliza no tratamento térmico de sinterização, logo ela não altera a microestrutura do material. Portanto, para análise microestrutural

utilizou-se uma amostra na condição pura, devido a menor presença de poros comparada às outras condições estudadas.

Após o ataque químico o aço inox revelou sua microestrutura austenítica, como descrito por LAGO *et al.* (2017). O ataque foi eletrolítico com ácido oxálico por 80 segundos.

A micrografia na Figura 25 demonstra a matriz austenítica do aço inox em sua condição pura (sem adição de agente porogênico), sinterizado a 1250°C. A microestrutura revela maclas de recozimento, provenientes do tratamento térmico de sinterização. As partículas apresentam formas arredondadas, devido ao processo de fabricação do pó por atomização.

Figura 25: Micrografia do aço inoxidável 316L puro sinterizado a 1250°C; aumento de 200X



Fonte: Autor

5.5 Análise Interna da Porosidade

Sendo a porosidade o centro dessa pesquisa, foi realizada uma investigação diferencial no comportamento desta, denominada Análise Interna da Porosidade. Esta análise foi realizada através de imagens, do software *ImageJ*.

Para a análise interna dos poros foi realizado o polimento das amostras, e as imagens foram capturadas por uma câmera digital acoplada ao microscópio ótico.

Neste estudo foram selecionadas amostras das condições de maior e menor porosidade. As imagens obtidas após cada polimento foram sobrepostas no software, e três tipos de análises foram feitas após a sobreposição, análise superficial, análise volumétrica e análise de perfil cortado.

Na Figura 26, representação da condição de Maior Porosidade. Nota-se que em cada uma das imagens apresentadas os poros se destacam de uma cor, na imagem a) os poros são escuros, enquanto as partículas são brancas; na imagem b) os poros são laranjas com uma textura mais escura, ao passo que as partículas são laranjas claras com o fundo azulado; e por último, na imagem c) os poros são azuis, e as partículas são alaranjadas.

Na imagem a) há o destaque na região onde foi feita a endentação para ser possível a captura das imagens no mesmo local. Nas outras imagens é possível perceber, ao longo do polimento, um afunilamento dessa marca.

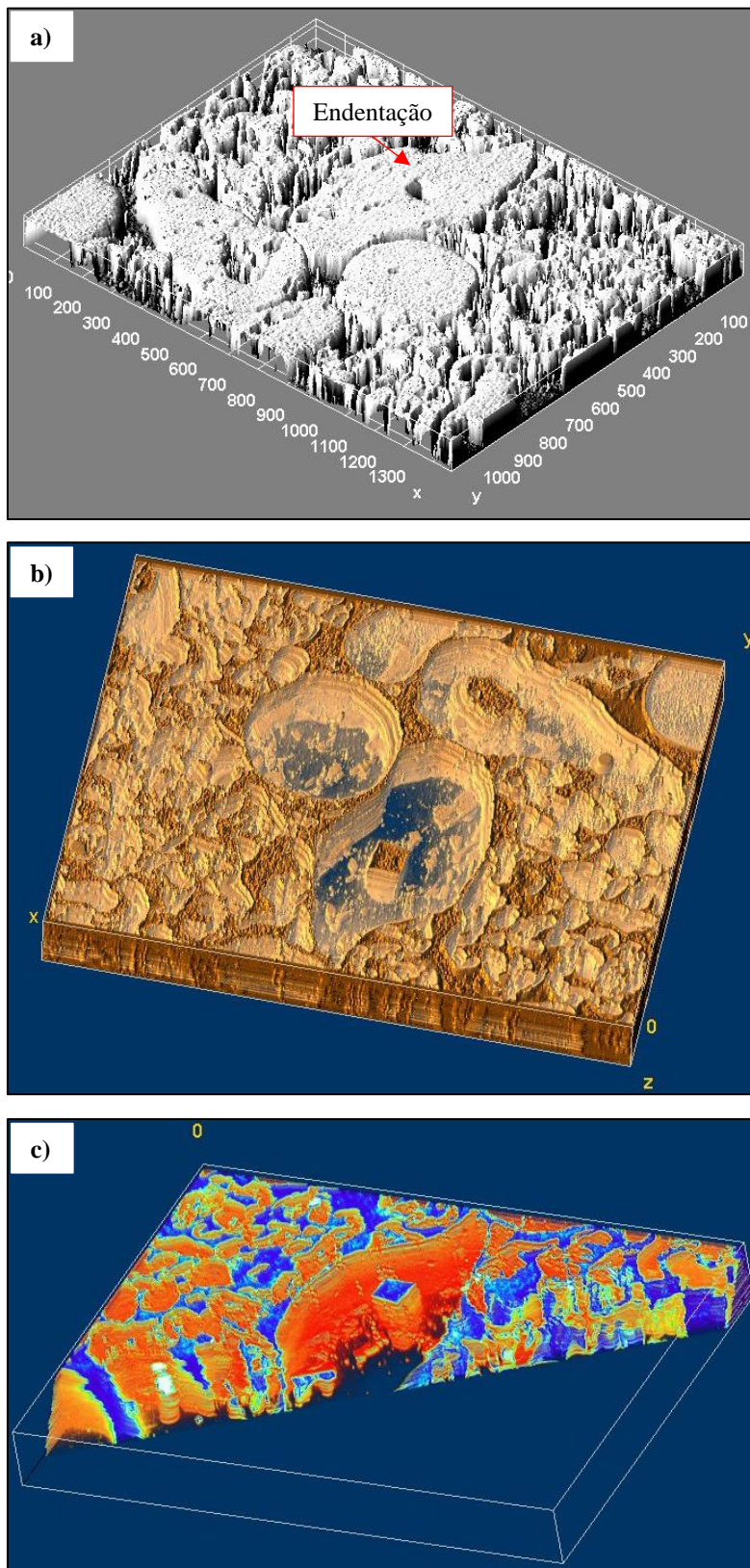
Em c), na região onde foi feito o corte, percebe-se o caminho de alguns poros. Por conseguinte, pode ser dito que o percentual poroso demonstrado na superfície anteriormente, ocorre ao longo de toda a amostra.

Com o comportamento poroso sendo repetido na microestrutura do material, é pertinente dizer, que as propriedades do material, ligadas a porosidade, conhecidas através da superfície, irão ser próximas ou iguais, no interior do mesmo.

Na Figura 27 tem-se a representação da condição de Menor Porosidade. Como aconteceu na melhor condição, os poros se destacam em cores diferentes em cada imagem. Na imagem a) os poros são azuis claros, enquanto as partículas são azuis um pouco mais escuras, nesta imagem a endentação foi destacada; na imagem b) os poros são laranjas com uma textura mais escura, ao passo que as partículas são laranjas claras; e na imagem c) os poros são azuis, e as partículas são alaranjadas.

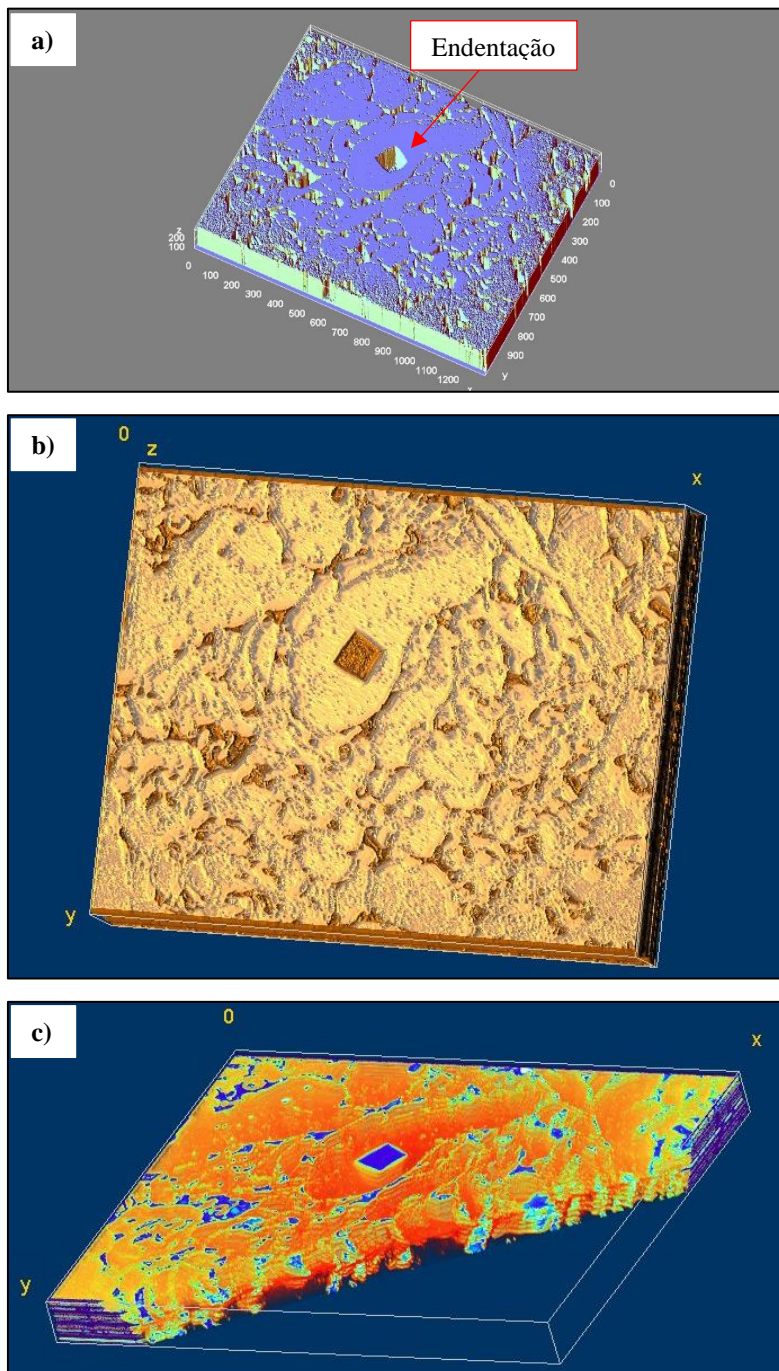
Pode ser observado na Figura 27 significativa diminuição das regiões porosas, quando comparada a Figura 26. Mas a mesma análise que feita anteriormente vale para este caso, o comportamento poroso observado na superfície do material se repete no interior da amostra, portanto as propriedades relacionadas a porosidade conhecidas através da superfície, irão ser próximas ou iguais, no interior da mesma.

Figura 26: Imagens obtidas da condição de maior porosidade através de recursos do software ImageJ a) Análise superficial; b) Análise volumétrica e c) Análise de perfil cortado



Fonte: Autor

Figura 27: Imagens obtidas da condição de menor porosidade através de recursos do software ImageJ a) Análise superficial; b) Análise volumétrica e c) Análise de perfil cortado



Fonte: Autor

5.6 Ensaios Mecânicos

5.6.1 Microdureza Vickers

A Tabela 18 mostra os valores encontrados para microdureza nas condições de maior, média e menor porosidade. A expectativa para esses resultados era que a condição mais porosa tivesse a menor microdureza, devido ao maior percentual de poros, seguida pela condição média, e por último a condição menos porosa, com a maior microdureza. Contudo, as amostras com adição de 5 e 3% de agente porogênico demonstraram valores muito próximos para esta propriedade, sendo a condição de maior porosidade ligeiramente maior que a condição de porosidade media. No entanto, a diferença não é significativa, considerando o erro do próprio ensaio.

Em comparação ao valor encontrado para o material puro, 143,81 HV, tem-se que para as condições de menor, média e maior porosidade houve um decaimento de 8, 18 e 15% respectivamente. Em relação ao aço inoxidável 316L fundido, com microdureza de 215 – 225 HV (ZIEȦALA *et al.*, 2016), o material puro e as condições de menor, média e maior porosidade apresentaram 65,4%, 59,8%, 53,9% e 55,4%, nessa ordem.

Tabela 18: Microdureza Vickers para cada condição

Condição	Média	Desvio Padrão
Maior Porosidade	121,79	8,08
Porosidade Média	118,63	3,76
Menor Porosidade	131,66	9,55

5.6.2 Dureza Vickers

A Tabela 19 indica os valores de dureza Vickers para as condições de média e menor porosidade. Para condição mais porosa não foi possível realizar o ensaio, devido à grande quantidade de poros, o material não suportou a carga imposta pelo ensaio. O ensaio foi realizado nas duas superfícies de cada amostra, a superfície sinterizada e a superfície oposta a ela, sendo a sinterizada a superfície que ficou para cima no forno.

O ensaio de Dureza Vickers foi realizado porque não se sabe até que ponto a porosidade poderia interferir nos resultados de microdureza, por a dureza solicitar uma região maior os resultados são mais significativos.

Tabela 19: Dureza Vickers para cada condição

Condição	Superfície Sinterizada		Superfície Oposta	
	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão
Porosidade Média	80,59	9,22	60,87	2,05
Menor Porosidade	99,82	7,82	88,43	2,83

Como pode ser observado na Tabela 19, as superfícies sinterizadas apresentaram maior dureza do que as superfícies opostas. No forno utilizado para a sinterização o calor provoca um gradiente térmico no corpo de prova, fazendo com que a temperatura alcançada ao longo do CP varie, provocando comportamentos ligeiramente distintos na estrutura interna do material, o que justifica a diferença nessa propriedade mecânica. Além do fato de que a superfície sinterizada também foi a superfície compactada, o que promove mais força na união das partículas, deixando-a com maior dureza.

Nos valores obtidos, a condição de porosidade média apresentou menor dureza em relação a condição de menor porosidade, o que pode ser considerado um resultado viável, já que o aumento da porosidade gera piora nas propriedades mecânicas.

Comparando os resultados encontrados para a dureza com a literatura que é 155 HV (ZIEȦALA et al, 2016), pode-se notar que o valor da condição de menor e média porosidade representam 64,4% e 52,0% respectivamente do material fundido.

5.6.3 Compressão

O ensaio de compressão nos concede uma das mais importantes informações a respeito das características mecânicas de um material. Pois estas propriedades interferem diretamente na seleção do material para qualquer que seja a aplicação.

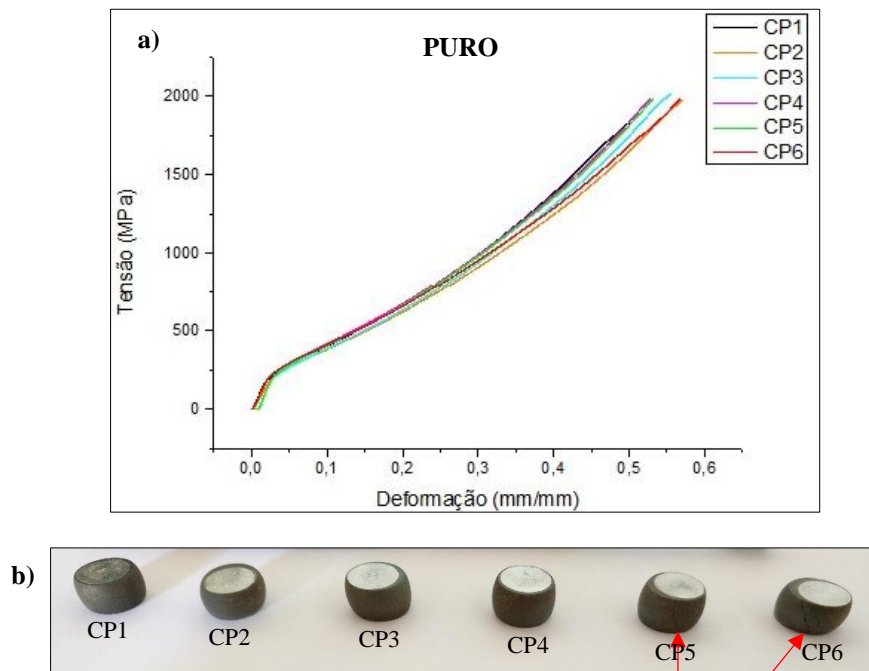
Para que um material possa ser utilizado em implantes, é necessário que apresente propriedades mecânicas mais próximas possíveis aos ossos humanos, principalmente o módulo elástico, pois quando essa propriedade do implante é muito superior ao do osso,

não ocorre a ancoragem mecânica, importante para o bom funcionamento do osso e da prótese (VALENTE, 1999).

O módulo de elasticidade (E) e as curvas Tensão (σ) X Deformação (ϵ), foram os resultados almejados neste ensaio.

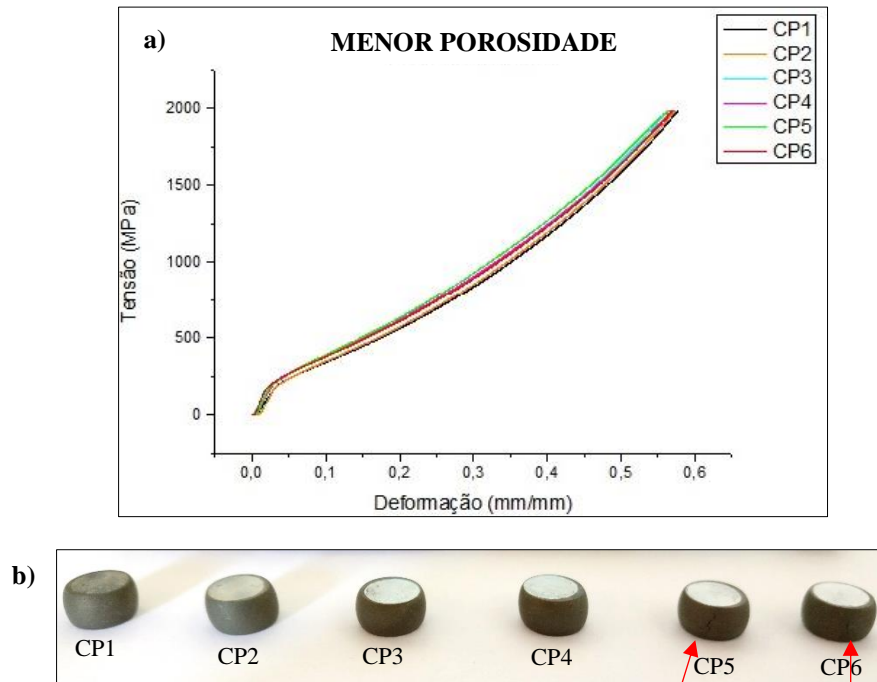
As Figuras 28 a 31 exibem as curvas σ X ϵ obtidas para as diferentes adições do agente porogênico – cera polimérica. Considerando que 0% corresponde ao material puro, 1% a condição de Menor Porosidade, 3% a condição de Porosidade Média e 5% a condição de Maior Porosidade (as denominações das condições foram dadas a partir do grau de porosidade, visto que o objetivo é o aumento da porosidade do material).

Figura 28: Imagens caracterizando o material puro; a) curva σ X ϵ para o material; b) corpos de prova após o ensaio de compressão



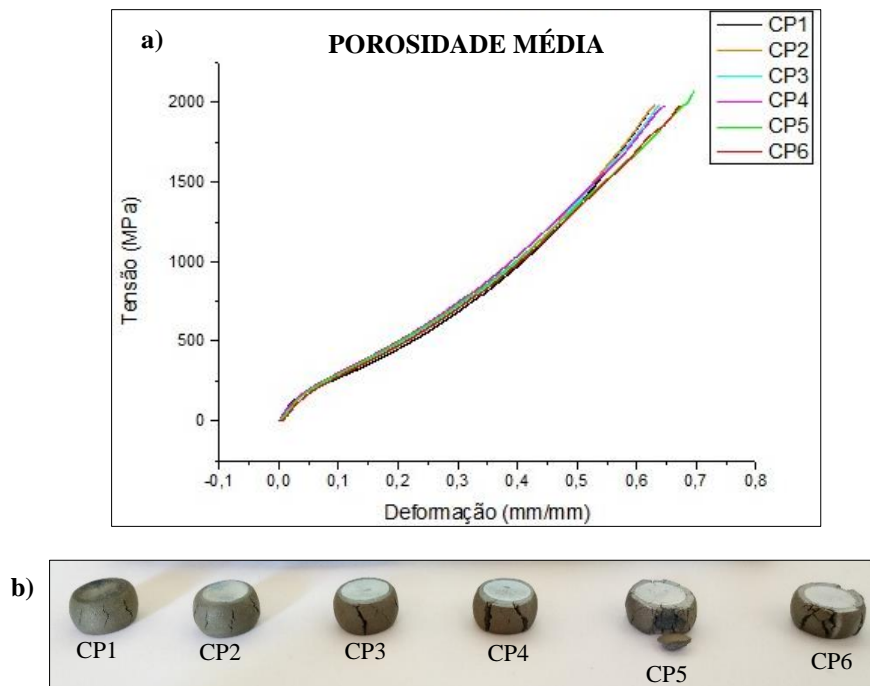
Fonte: Autor

Figura 29: Imagens caracterizando o material na condição de menor porosidade; a) curva $\sigma \times \epsilon$ para o material; b) corpos de prova após o ensaio de compressão



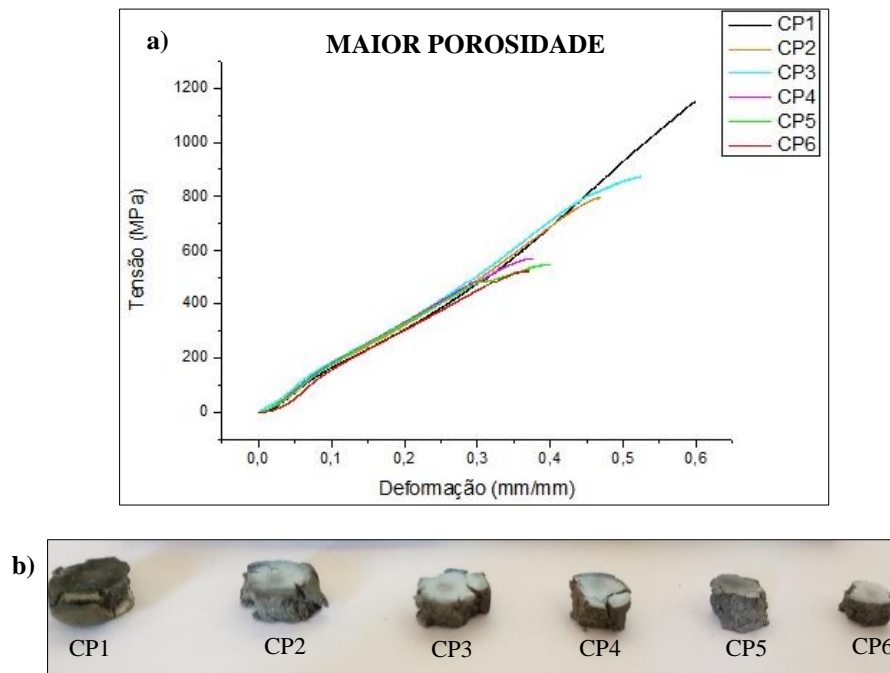
Fonte: Autor

Figura 30: Imagens caracterizando o material na condição de porosidade média; a) curva $\sigma \times \epsilon$ para o material; b) corpos de prova após o ensaio de compressão



Fonte: Autor

Figura 31: Imagens caracterizando o material na condição de maior porosidade; a) curva $\sigma \times \epsilon$ para o material; b) corpos de prova após o ensaio de compressão



Fonte: Autor

É nítido o comportamento, em cada um dos casos, nos diferentes percentuais de adição do agente porogênico. O material puro e a condição de menor porosidade (1%) (Figuras 28 e 29) apresentaram desempenhos semelhantes, tanto nas curvas como no aspecto dos corpos de provas após o ensaio. Pode-se perceber que estes não chegaram ao rompimento do CP, e apenas os dois últimos, em ambos os casos começaram a demonstrar trincas, o que será abordado mais adiante. O efeito visível é o conhecido como “barril”, característica clássica de materiais dúcteis submetidos ao ensaio de compressão.

A Figura 30, que representa a condição de porosidade média (3%), já demonstra uma fragilização do material, todos os corpos de prova ensaiados apresentaram trincas, e os dois últimos chegaram a romper. Nas curvas também podemos perceber esse comportamento.

A Figura 31 expõe a condição de maior porosidade (5%), significativamente mais frágil que as anteriores, os seis corpos de prova ensaiados romperam completamente. Pelas curvas, pode-se comprovar essa fragilização.

Os últimos corpos de provas ensaiados em cada condição (assinalados nas Figuras 28 a 31, parte b)), são mais frágeis do que os quatro primeiros. A falta de homogeneização

dos poros em cada amostra pode fragilizar mais uns CP's do que outros, o que justificaria o resultado. Além disso, a posição dos CP's dentro do forno, no tratamento térmico de sinterização, também pode ter influenciado no resultado, pois estes foram dispostos horizontalmente e alinhados. Considerando que há um gradiente de temperatura no forno, CP1 teoricamente recebe maior temperatura, o que neste caso foi melhor para a difusão das partículas, e CP6 teoricamente recebe menor temperatura.

Em relação a tensão de ruptura do material decidiu-se não analisar, pois como nem todos os corpos de prova apresentaram trincas ou romperam, apresentando comportamento dúctil, apenas em alguns ensaios seria possível retirar essa propriedade, o que não é suficiente para fins comparativos. Os ensaios das amostras que não apresentaram trincas ou romperam foram finalizados pelo fim do curso do equipamento que estava realizando o teste.

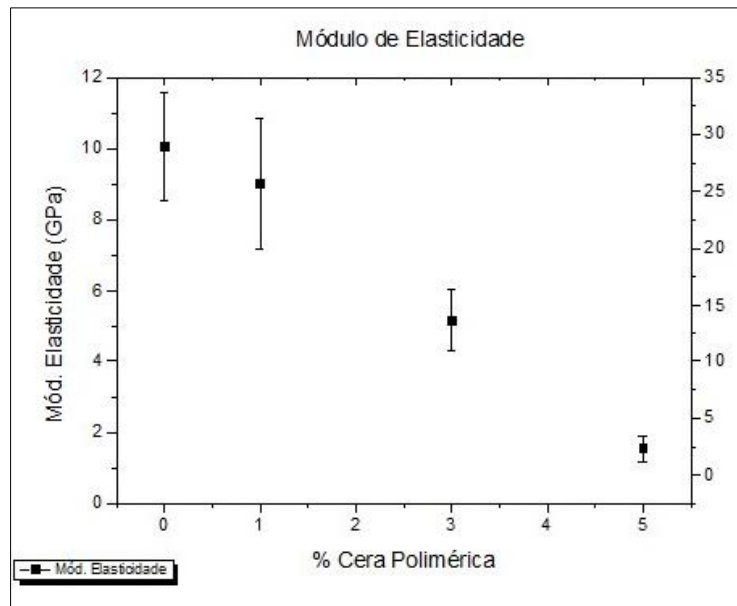
A Tabela 20 resume os resultados obtidos para o módulo de elasticidade, nos ensaios de compressão realizados. Para tal valor foram feitas 20 medidas em cada curva, totalizando 120 valores em cada composição. O gráfico seguinte a tabela (Figura 32) também expõe os valores, de forma comparativa.

Tabela 20: Resumo dos valores obtidos para o módulo de elasticidade com seus respectivos desvios padrão nas diferentes composições do material

Módulo de Elasticidade [GPa]	
Puro	10,07 ± 1,50
1%	9,01 ± 1,83
3%	5,19 ± 0,87
5%	1,54 ± 0,35

Pode-se observar no gráfico da Figura 32, e nos valores expostas na Tabela 20, que as diferentes concentrações de agente porogênico (cera polimérica) alteraram significativamente o módulo de elasticidade. O material puro em relação a 1% não houve tanta diferença, considerando as médias e os desvios abrangem as margens um do outro. Porém de 1 para 3% e de 3 para 5% houve um grande decaimento desse módulo, 42,4% e 70,3% respectivamente, além dos valores encontrados não se enquadrarem dentro do desvio padrão.

Figura 32: Gráfico do módulo de elasticidade variando com a % de cera polimérica



Fonte: Autor

A título de comparação, é válido considerar que o aço inoxidável 316L obtido no processo de fundição possui valor em torno de 200 GPa (ZIEȚALA *et al*, 2016). Analisa-se então que ocorreu um grande declínio nessa propriedade em relação a condição pura, sinterizada por metalurgia do pó, uma redução maior que 95%. Sabe-se que o módulo de elasticidade está diretamente relacionado com a resistência à separação dos átomos e com as densidades das ligações. Materiais obtidos via metalurgia do pó são, em geral, caracterizados por alta porosidade, conseqüentemente, baixa densidade, o que justifica a redução do módulo de elasticidade, ainda mais evidente nos materiais com adição de cera polimérica, visto que na sinterização esta volatiliza, criando vazios (poros) na microestrutura do material, baixando a densificação, conseqüentemente, o módulo elástico.

Sabe-se que o módulo elástico do implante deve ser o mais próximo possível do osso, e que esse valor para o osso cortical e para o osso esponjoso é 3,8 – 25 GPa e 0,7 – 4 GPa respectivamente (CARRASCO, *et al.*, 2009).

Considerando os valores que foram obtidos nesse trabalho, as condições com 1 e 3% de adição do agente porogênico foram as que apresentaram melhores resultados, em torno de aproximadamente 9 GPa e 5 – 6 GPa, respectivamente.

6. Conclusão

Os resultados obtidos no presente estudo demonstraram que através da adição da cera polimérica como agente porogênico, foi possível produzir o aço inoxidável 316L poroso através da rota da metalurgia do pó. E que a porosidade obtida nas superfícies amostrais em cada concentração de cera polimérica, foram condizentes com o percentual de agente porogênico adicionado. Além disso, os resultados obtidos para os tamanhos de poros satisfizeram o mínimo exigido, conforme a literatura, para que a osteointegração seja eficiente.

A distribuição de poros nas microestruturas pode ser observada de maneira homogênea nas condições de média e menor porosidade, sendo o percentual de agente porogênico o principal e único fator influente nos percentuais porosos obtidos.

Quanto análise interna da porosidade, realizada através das imagens sobrepostas no software *ImageJ* e das análises aplicadas, o comportamento da porosidade no interior das amostras é coerente com o que foi apresentado na superfície, permitindo a conclusão de que os percentuais porosos encontrados superficialmente não se modificaram significativamente ao longo do corpo de prova.

Sobre os ensaios mecânicos realizados, os resultados para cada condição especificada foram condizentes, visto que a condição de Maior Porosidade apresentou as piores propriedades mecânicas, seguido pela condição de Porosidade Média, e a condição de Menor Porosidade apresentou os melhores resultados para essas propriedades.

Quanto a aplicação do material estudado, que é ser viável como um biomaterial, as condições de Porosidade Média e Menor Porosidade obtiveram mais êxito quanto ao valor do módulo elástico desejado, já que este deve ser o mais próximo possível do osso humano.

7. Sugestões de Trabalhos Futuros

- I.** Produção do aço inox 316L pela rota da metalurgia do pó com variação entre 400 e 800 MPa na carga de compactação com adição de polímero como agente porogênico.
- II.** Análise da resistência a corrosão do aço inox 316L poroso para aplicação como biomaterial.
- III.** Produção do aço inox 316L pela rota da metalurgia do pó utilizando polímero natural como agente porogênico.

8. Referências Bibliográficas

- ALVES, H. L. R., **Cimento ósseo de fosfato tricálcio: síntese e influência de aditivos na sua injetabilidade**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil, 2005. Disponível em: <<http://www.biblioteca.ufrgs.br/bibliotecadigital/>>
- AMANOV, A.; LEE, S. W.; PYUN, Y. S. Low friction and high strength of 316L stainless steel tubing for biomedical applications. **Materials Science and Engineering C**, v. 71, p. 176–185, 2017.
- AMORÓS, A. J. L. A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial. Parte V: Descrição da etapa de prensagem. **Cerâmica Industrial**, v.6, n3, 2001.
- ANDERSON, J. A.; LAMICHHANE, S.; MANI, G. Macrophage responses to 316L stainless steel and cobalt chromium alloys with different surface topographies. **Journal of Biomedical Materials Research A**, v. 104, p. 2658–2672, 2016.
- ANDERSON, J. A.; LAMICHHANE, S.; MANI, G. Macrophage responses to 316L stainless steel and cobalt chromium alloys with different surface topographies. **Journal of Biomedical Materials Research A**, v. 104, p. 2658–2672, 2016.
- ARAÚJO, T.L; COUTO, A.A., **Estudo do aço inoxidável aplicado como implante ortopédico**. Disponível em: <http://www.mackenzie.br/fileadmin/Graduacao/EE/Revista_on_line / aco_inoxidavel.pdf> Maio 2004.
- ARNDT, M. C. **Obtenção de material magnético macio de Fe-Si pelo processo de injeção de pós metálicos**. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil, 2002.
- ASM HANDBOOK. Volume 7. **Powder Metal Technologies and Applications**. ASM International. 2000.
- BAJPAI, G.; PUROHIT, R.; RANA, R. S. Development of Al-nano composites through powder metallurgy process using a newly designed cold isostatic compaction chamber. **Materials Today: Proceedings**, v. 2, p. 2737–2746, 2015.
- BARROS, N.F.; LOURENÇO R.F.R.; VERNILLI Junior, F.; SILVA, G.; FERNANDES, G.A., **Obtenção de porosidade em biomateriais de aço inox 316l pela utilização de cera de polietileno como agente porogênico**, Metallum. 2012.
- BAUER, S.; SCHMUKI, P.; MARK, K. V. D.; PARK, J. Engineering biocompatible implant surfaces, Part I: Materials and surfaces. **Progress in Materials Science**, v. 58, p. 261–326, 2013.

BOLZONI, L.; RUIZ-NAVAS, E. M.; GORDO, E. Understanding the properties of low-cost iron-containing powder metallurgy titanium alloys. **Materials and Design**, v. 110, p. 317–323, 2016.

BONALDI, P.O., SCHAEFFER, L, Estudo de remoção do sistema aglutinante de micropeças obtidas por moldagem de pós de aço inoxidável AISI 316L por injeção, **Revista Ciência e Tecnologia**, UFRGS, 2010.

BOMFIM, P. K. S. **Desenvolvimento de implantes dentários por técnicas de metalurgia do pó**. 2014. 117 pg. Dissertação (Mestrado – Tecnologia Nuclear – Materiais). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo - SP.

BOSCHI, A. O., O Que é Necessário Para Que um Material Possa Ser Considerado um Biomaterial?, **SEMINÁRIO REGIONAL DE BIOMATERIAIS**. Santa Catarina. Anais. Santa Catarina UDESC. p. 4 – 16, 1996.

BRITO, F. Iran Gomes de; MEDEIROS, Katarine F.; LOURENÇO, Jorge Magner. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. **HOLOS**, [S.l.], v. 3, p. 204-211, 2008. Disponível em: <<http://www2.ifrn.edu.br/ojs/index.php/HOLOS/article/view/139/129>>.

BUSSAB, Wilton O, MORETTIN, Pedro A. **Estatística Básica**. 3. ed. São Paulo, Atual, 1986.

BUTTON, S.T., **Metodologia para planejamento experimento e análise de resultado**. Apostila da Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2001.

CAMPOS, M.; **Investigação por Espectroscopia Mössbauer das fases formadas e sua influência da resistência à corrosão do aço inoxidável austenítico 316L nitretado**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de São Carlos, São Paulo, Brasil, 2009.

CAO, W. HENCH, L.L. Bioactive Materials, **J. Ceram. Int.** V.22, p.493-507,1996.

CARRASCO, A.C.; FREITAS, J. P.; PEREIRA, C. da S., NOVAK, V. C.; SANTO, A. M. do E., Biomateriais Utilizados em Artroplastia Total de Joelho: Da Matéria-Prima às Normas de Fabricação, **Revista Brasileira de Ortopedia**, pp.3-6.,2009.

CASTILHO, G.A.A., MARTINS, M.D., MACEDO, W.A.A. **Surface characterization of titanium based dental implants**, *Braz. J. Phys.*, vol.36, no3b, p.1004-1008, 2006.

CHEN, Q.; THOUAS, G. A. Metallic implant biomaterials. **Materials Science and Engineering R**, v. 87, p. 1–57, 2015.

CHEW, V., **Experimental designs in industry**. John Wiley & Sons, Inc, p. 1-58, New York, 1957.

CONSONNI, C. R. **Desenvolvimento de membranas cerâmicas com fibra de carbono como agente porogênico para microfiltração**. 2017. 96 f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2017.

CROVACE, M.C., **Obtenção de estruturas porosas altamente bioativas via sinterização do Biosilicato®**. 2010. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2010.

DAVIS, J. R. **ASM Specialty Handbook: stainless steels**. Materials Park: ASM

DEE, K.C.; PULEO, D.A.; BIZIOS, R., **An Introduction to Tissue-Biomaterial Interactions**. Hoboken, John Wiley & Sons, Inc., p. 248, 2002.

DOWNING, Douglas, CLARK, Jeff. **Statistics The Easy Way**. Hauppauge (New York): Barron's Educational Series, Inc, 1989.

ESEN, Z.; BOR, Ş. **Processing of titanium foams using magnesium spacer particles**. *Scr. Mater* 56 (2007), 341–344.

FARIA, M.H.A., SILVA, G., LAMAS, W.Q. Estudo da necessidade de desenvolvimeto de materiais para implantes ósseos de baixo custo econômico. In: **The 4th International Congress University Industry Cooperation**, 2012. Disponível em: <<http://www.unitau.br/unindu/artigos/pdf535.pdf>>.

FONSECA, F.M. *et al*, Fabricação de biocerâmicas porosas de hidroxiapatita por gelcasting, **Revista Militar de Ciência e Tecnologia**, Vol XXVIII, 2011. Disponível em: http://rmct.ime.eb.br/arquivos/RMCT_1_tri_2011/caracteriza_microestrut_hidroxi.pdf

FORTULAN, C. A. *et al*. Manufatura de membranas cerâmicas tubulares. **Revista Minerva**, v. 3, p. 8, 2006.

GALDÁMEZ, E. V. C., **Aplicação das técnicas de planejamento e análise de experimentos na melhoria da qualidade de um processo de fabricação de produtos plásticos**. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, 2002.

GENG, S.; SUN, J.; GUO, L. Effect of sandblasting and subsequent acid pickling and passivation on the microstructure and corrosion behavior of 316L stainless steel. **Materials and Design**, v. 88, p. 1–7, 2015.

GOIA, T. S. **Implantes porosos à base de titânio, avaliação in vitro e in vivo**. 2013. 135 pg. Tese (Doutorado - Tecnologia Nuclear - Materiais). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo - SP.

GOMES, L.S.M., **Biomateriais em Artroplastia de Quadril: Propriedades, Estrutura e Composição**. In: Luiz Sérgio Marcelino Gomes et al. Eds. O Quadril. São Paulo: Atheneu; 2010.

GU, Y.; HENDERSON, R. J; CHANDLER, H. W. Visualizing isostatic pressing of ceramic powders using finite element analysis. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 26, p. 2265–2272, 2006.

GUASTALDI, A. C.; APARECIDA, A. H. Calcium phosphates of biological interest: importance as biomaterials, properties and methods for coatings obtaining. **Química Nova**, v. 33, p. 1352–1358, 2010.

GUERRA-FUENTES, L.; GARCIA-SANCHEZ, E.; JUAREZ-HERNANDEZ, A.; HERNANDEZ-RODRIGUEZ, M. A. L. Failure analysis in 316L stainless steel supracondylar blade plate. **Engineering Failure Analysis**, v. 57, p. 243–247, 2015.

HENRIQUES, V. A. R., Metalurgia do Titânio e suas ligas. **Revista Metalurgia & Materiais**, v.61, n. 559, p. 515., 2005.

JACOBS, J. J.; SILVERTON, C.; HALLAB, N. J.; SKIPOR, A. K.; PATTERSON, L.; BLACK, J.; GALANTE, J. O. Metal release and excretion from cementless titanium alloy total knee replacements. **Clinical Orthopaedics and Related Research**, v. 358, p. 173–180, 1999.

JAKUBOWICZ, J. et al. **Titanium foam made with saccharose as a space holder**. J. Porous Mater. 20 (2013), 1137–1141.

JI, C.H., LOH, N.H., KHOR, K.A., TOR, S.B., Sintering study of 316L stainless steel metal injection molding parts using Taguchi method: final density, **In Materials Science and Engineering: A**, Volume 311, Issues 1–2, 2001, Pages 74–82, ISSN 0921-5093.

JUNIOR, D., **Handbook of Materials for Medical Devices**. Ed. ASM International, USA, 2006.

JURAN, J.M.; GRZYNA JR., F. M.; BINGHAM JR., R. S., **Quality control handbook**. 3ed., cap. 27, p. 1-49, McGraw-Hill, New York, 1951.

LAPTEV, A; BRAM, M. **Manufacturing hollow titanium parts by powder metallurgy route and space holder technique**. Materials Letters 160 (2015) 101–103.

KARAGEORGIU, V.; KAPLAN, D., Biomaterials, 26, 27, 5474-5491, 2005.

KIANERSI, D.; MOSTAFAEI, A.; AMADEH, A. A. Resistance spot welding joints of AISI 316L austenitic stainless steel sheets: Phase transformations, mechanical properties and microstructure characterizations. **Materials and Design**, v. 61, 251–263, 2014.

KRAUSS, G.; Steels: Heat treatment and processing principles. Metals Park: ASM, 497p., 1995.

KUFFNER, B. H. B. **Produção e Caracterização de um Biocompósito de Aço Inox 316L com β -tcp utilizando a Técnica de Gradação Funcional (FGM)**. Qualificação de Tese (Doutorado em Materiais para Engenharia) – Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2018.

LAGO, J.; JAMBOR, M.; NOVY, F.; BOKUVKA, O.; TRSKO, L. Giga-cycle fatigue of AISI 316l after sensitising of structure. **Procedia Engineering**, v. 192, p. 528–532, 2017.

LEITE, P. A. C; SANTOS, R. F.; SILVA, E. R; ROSA, J. B. D; JUNIOR, E. S. C., **Funcionalização da superfície do aço inoxidável 316L com fosfato de cálcio pelo método de usinagem por descargas elétricas para aplicação biomédica**. CEFET – BH – Belo Horizonte (MG), Brasil, 2017.

LI, X.; DENG, Y.; CHEN, X.; XIAO, Y.; FAN, Y.; ZHANG, X. Gelatinizing technology combined with gas foaming to fabricate porous spherical hydroxyapatite bioceramic granules. **Materials Letters**, v. 185, p. 428–431, 2016.

LOURENÇO, R.F.R (2014), **Produção e caracterização do biocompósito metal/cerâmica, inox 316L e Hidroxiapatita utilizando moagem de alta energia**. Itajubá - MG, 92p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais – Mestrado profissional) - Instituto de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Itajubá, 2014

MAHAPATRO, A. Bio-functional nano-coatings on metallic biomaterials. **Materials Science and Engineering C**, v. 55, p. 227–251, 2015.

MAIA, M. *et al.*, Reconstrução da estrutura facial por biomateriais: revisão de literatura. **Rev. Bras. Cir. Plást. (Impr.)**, São Paulo, v. 25, n. 3, p. 566-572, Sept. 2010. Available from <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1983-51752010000300029&lng=en&nrm=iso>.

MARTINS, V., **Estudo das Propriedades dos compósitos WC-6Co, WC-10Co, WC-20Co, WC-6Co-6Ni, WC-6Co-12Ni obtidos por metalurgia do pó convencional para aplicação em anéis de selos mecânicos**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil, 2010.

MILLERET. V.; TUGULU, S.; SCHLOTTIG, F.; HALL, H.; Alkali treatment of micro-rough titanium surfaces affects macrophage/monocyte adhesion, platelet activation and architecture of blood clot formation. **European Cells & Materials Journal**, v. 21, p. 430–444, 2011.

MOCELLIN, I. C. M., **Uma contribuição para o desenvolvimento de estruturas porosas metálicas via metalurgia do pó**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina, 2012.

MONTGOMERY, D. C., **Diseño y análisis de experimentos**. Traduzido por Jaime Delgado Saldivar. Iberoamérica, México, 1991.

MONTRAZI, E. T. **Estudo de cerâmicas porosas de alumina através da medida de tempos de relaxação via ressonância magnética nuclear**. 2012. 164 f. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2012.

MOREIRA, A. C. **Análise da influenciada morfologia porosa de implantes de titânio no processo de crescimento ósseo**. 2013. 157 pg. Tese (Doutorado – Ciências e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina. Santa Catarina - SC.

NOURI, A. et al. **Biomimetics Learning from Nature: Biomimetic Porous Titanium Scaffolds for Orthopedic and Dental Applications**. 2010. Amitava Mukherjee (Ed.), ISBN: 978-953-307- 025-4, InTech.

NOVÁK, P. et al. **Powder metallurgy preparation of porous titanium for medical implants**. 23. - 25. 5. Brno, Czech Republic, EU, 2012.

OLIVEIRA, L. A., **Estudo da Sinterização do aço inoxidável 316L reforçado com 3% carbeto de tântalo – TaC**. Dissertação para obtenção do título de Mestre. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2008.

ORÉFICE, R. L.; PEREIRA, M. M.; MANSUR, H. S.; **Biomateriais: fundamentos e aplicações**. Cultura Médica: Rio de Janeiro, 2006.

PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C., **Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades**, 1 ed., São Paulo: Hemuns, 1994.

PALMAZ, J. C.; BENSON, A.; SPRAGUE, E. A. Influence of surface topography on endothelialization of intravascular metallic material. **Journal of Vascular and Interventional Radiology**, v. 10, p. 439–444, 1999.

PARK, J.; LAKES, R. S.; **Biomaterials: An Introduction**. 4.ed. New York: Springer, 2007.

PARK, J.; LEE, S.; KANG, S.; JEON, J.; LEE, S. H.; KIM, H. K.; CHOI, H. Complex effects of alloy composition and porosity on the phase transformations and mechanical properties of powder metallurgy steels. **Powder Technology**, v. 284, p. 459–466, 2015.

PRADO, G. G. **Projeto e caracterização de membranas cerâmicas utilizando microfibras como precursoras de porosidade**. 2014. 106 (Mestrado). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2014.

RAJU, K.; YOON, D. H. Sintering additives for SiC based on the reactivity: A review. **Ceramics International**, v. 42, p. 17947–17962, 2016.

RODRIGUES, L. B., **Aplicações de biomateriais em ortopedia**. Estudos Tecnológicos em Engenharia, 63-76p. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, 2013.

SALGADO, L., **Processamento da liga Ferro-Níquel-Cobre-Molibdênio por moagem de alta energia**. Tese para obtenção do título de doutor. Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil, 2002.

SARTORI, T. A. I. C., **Biocerâmicas porosas de alumina e de alumina-zircônia recobertas com fosfato de cálcio para implantes ósseos**. Dissertação para obtenção de título de mestre. Universidade de São Paulo. Pirassununga. 2015.

SCHVARTZMAN, M. M. de A. M. *et al.*, Avaliação da suscetibilidade à corrosão sob tensão da ZAC do aço inoxidável AISI 316L em ambiente de reator nuclear PWR. **Soldag. insp. (Impr.)**, São Paulo, v. 14, n. 3, p. 228-237, Sept. 2009.

SCHWANKE, C. M., **Obtenção de Titânio Particulado pelo Processo Hidretação-Dehidretação**. Tese (Doutorado em Engenharia) - Porto Alegre - RS, Escola em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais-Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 120p, 2000.

SIKORA-JASINSKA, M.; PATERNOSTER, C.; MOSTAED, E.; TOLOUEI, R.; CASATI, R.; VEDANI, M.; MANTOVANI, D. Synthesis, mechanical properties and corrosion behavior of powder metallurgy processed Fe/Mg₂Si composites for biodegradable implant applications. **Materials Science & Engineering C**, v. 81, p. 511–521, 2017.

SILVA, A. G. P.; ALVES-JÚNIOR, C. A sinterização rápida: Sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. **Cerâmica**, v.44, p. 225–232 1998.

SILVA, A. G. P.; ALVES-JÚNIOR, C. Teoria de sinterização por fase sólida; uma análise crítica de sua aplicação. **Cerâmica**, v.44, p. 171–176, 1998.

SILVA, A. L. C.; MEI, P. R., **Aços e Ligas Especiais**, 2 ed., São Paulo: Sumaré, 664p., 2006.

SILVA, E. F.; OLIVEIRA, L. F. C. Chemical and metallographic characterization of stainless steel in implants removed from patients. **Acta Ortopédica Brasileira**, v. 19, p. 280–285, 2011.

SILVA, J. C., **Estudo Comparativo de Superfícies de Titânio Utilizadas em Implantes**. Dissertação de Mestrado – Curitiba – PR, Universidade Federal do Paraná, 2006.

SILVA, M.H.Prado da. **Apostila de Biomateriais**, CERAMED 2007.

SOUZA, A. R. B., **Desenvolvimento de uma Prótese para Substituição de Disco da Coluna Vertebral Lombossacra Através da Metalurgia do Pó**. Tese (Doutorado em Engenharia) - Porto Alegre-RS, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 107p, 2009.

STREICHER, M. A. **Austenitic and ferritic stainless steels**. In: REVIE, R. W. (Org.).

STUDART, A. R. *et al.* **Processing routes to macroporous ceramics: a review**. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 89, n. 6, p. 1771 – 1789, 2006.

SU, Y.; LUO, C.; ZHANG, Z.; HERMAWAN, H.; ZHU, D.; HUANG, J.; LIANG, Y.; LI, G.; REN, L. Bioinspired surface functionalization of Metallic biomaterials. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. xxx, p. xxx–xxx, 2017.

Suporte ao Minitab, Copyright © 2017 Minitab Inc. All rights Reserved., <<https://support.minitab.com/pt-br/minitab/18/help-and-how-to/statistics/basic-statistics/how-to/1-variance/before-you-start/overview/>>.

SURYANARAYANA, C.; IVANOV, E.; BOLDYREV, V. V., **The Science and technology of mechanical alloying**, *Materials Science and Engineering*, Elsevier Science B. V., 2001.

TORRES, Y. *et al.* **Development of porous titanium for biomedical applications: A comparison between loose sintering and space-holder techniques**. *Materials Science and Engineering C* 37, p. 148–155, 2014.

TROMMER, R. M., **Obtenção e Caracterização de Revestimentos de Hidroxiapatita sobre substratos de aço inoxidável 316L utilizando a técnica de deposição química de vapor assistida por chama**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil, 2006. Disponível em: <<http://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/11289/000569087.pdf?sequence=1>>

TRUDEL, Y., *Introduction to Metal Powder. Production and Characterization* ASM Metals Handbook v7 – Power Metak Technologies and Applications. **ASM Inetrnational**, 9ª Edition, p. 83-88, 1998.

TRÜMMLER, F., OBERACKER, R. **An Introduction to Powder Metallurgy**. The Institute of Materials. 331p, 1993.

VALENTE, M.C. **Síntese de hidroxiapatita e sua aplicação como biomaterial**. 129f. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear-Aplicações) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999.

VASCONCELLOS, L. M. R. et al. **Porous Titanium by Powder Metallurgy for Biomedical Application: Characterization, Cell Citotoxicity and in vivo Tests of Osseointegration**. Disponível em: < <http://dx.doi.org/10.5772/47816>>.

WASHKO, S. D.; AGGEN, G., Wrought Stainless Steels, In: ASM Metals Handbook, volume 1 – Properties and Selection: Irons, Steels and High-Performance Alloys, 10ed., EUA: **ASM International**, p. 1353-1354, 1990.

WENJUAN, N. et al. **Processing and properties of porous titanium using space holder technique**. *Materials Science and Engineering A* 506 (2009) 148–151.

WERKEMA, M. C. C.; AGUIAR, S., **Planejamento e análise de experimentos: como identificar as principais variáveis influentes em um processo**. Fundação Christiano Ottoni. v.8, Belo Horizonte, 1996.

WONNACOTT, Ronald J., WONNACOTT, Thomas. **Fundamentos de Estatística**. Rio de Janeiro. Livros Técnicos e Científicos Editora S. A., 1985.

ZIĘTALA, M.; DUREJKO, T., POLAŃSKI, M.; KUNCE, I.; PŁOCIŃSKI, T.; ZIELIŃSKI, W.; ŁAZIŃSKA, M.; STĘPNIOWSKI, W.; CZUJKO, T.; KURZYDŁOWSKI, K. J.; BOJAR, Z. The microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of 316 L stainless steel fabricated using laser engineered net shaping. **Materials Science & Engineering A**, v. 677, p. 1–10, 2016.

ZOU, J. P.; RUAN, J. M., Physico-chemical properties and microstructure of hydroxyapatite-316L stainless steel biomaterials. **Journal of Central South University of Technology**. v. 11, n. 2, p. 113-118, 2004.