

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA – UNESP
Faculdade de Ciências e Engenharia - Campus de Guaratinguetá

MARIELLE BATISTA GONÇALVES

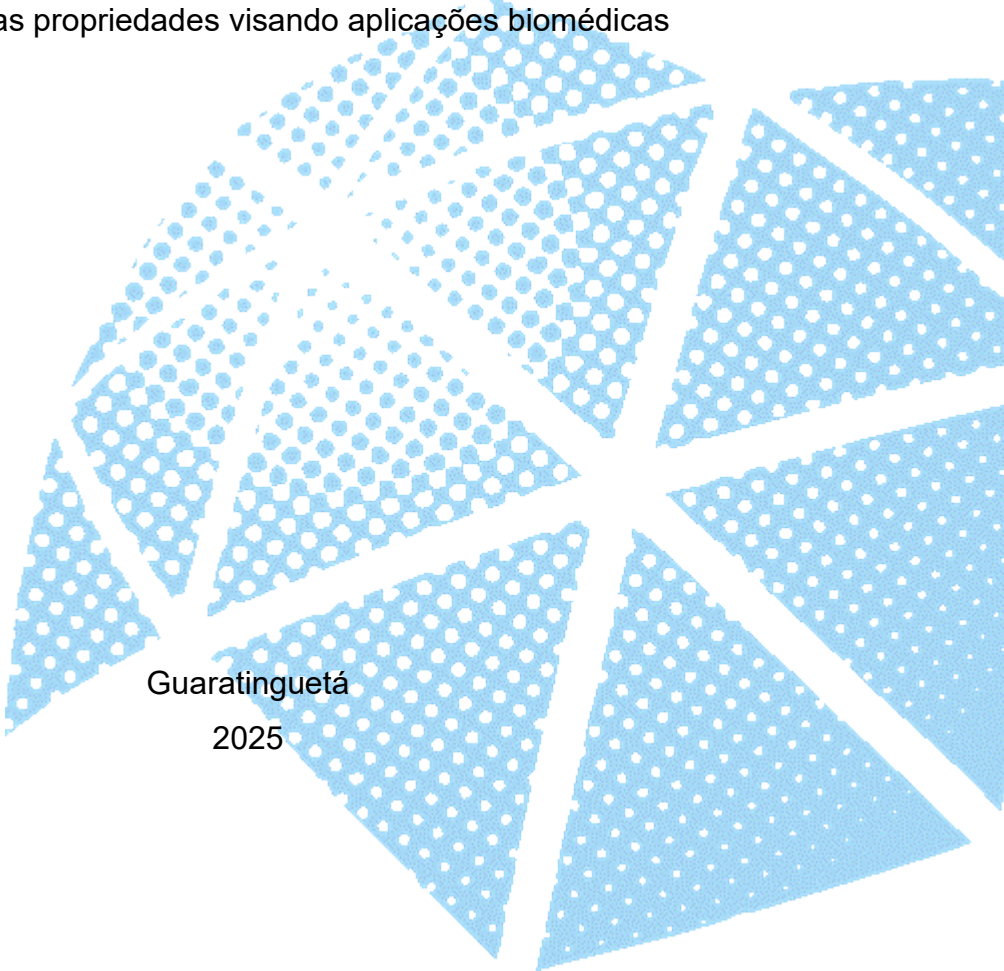
INFLUÊNCIA DO ZIRCÔNIO NA MODIFICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA

Ti10Mo8Nb6Zr:

Avaliação das propriedades visando aplicações biomédicas

Guaratinguetá

2025



MARIELLE BATISTA GONÇALVES

**INFLUÊNCIA DO ZIRCÔNIO NA MODIFICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA
Ti10Mo8Nb6Zr:**

Avaliação das propriedades visando aplicações biomédicas

Dissertação apresentada à Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Ciências e Engenharia, Guaratinguetá, para obtenção do título de Mestre(a) em Engenharia.

Área de Concentração: Biomateriais

Orientador(a): Profa. Dra. Ana Paula Rosifini Alves

Coorientador(a): Prof. Dr. João Pedro Aquiles Carobolante

Guaratinguetá

2025

G635i	Gonçalves, Marielle Batista Influência do zircônio na modificação e caracterização da liga Ti10Mo8Nb6Zr: avaliação das propriedades visando aplicações biomédicas / Marielle Batista Gonçalves - Guaratinguetá, 2025. 82 f : il. Bibliografia: f. 73-82 Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, 2025. Orientadora: Prof^ª. Dr^a Ana Paula Rosifini Alves Coorientador: Prof. Dr. João Pedro Aquiles Carobolante 1. Ligas de titânio. 2. Materiais biomédicos. 3. Oxidação. 4. Nanotubos. I. Título. CDU 669.295(043)
-------	---

IMPACTO POTENCIAL DESTA PESQUISA

Esta pesquisa contribui para o desenvolvimento de ligas de titânio avançadas para implantes biomédicos, ao demonstrar como o zircônio influencia as propriedades de superfície após anodização e calcinação. Os resultados apontam para maior biocompatibilidade, desempenho e durabilidade, favorecendo melhores resultados clínicos. Além disso, a pesquisa dialoga com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável, em especial o ODS 3 – Saúde e Bem-Estar e o ODS 9 – Indústria, Inovação e Infraestrutura.

POTENTIAL IMPACT OF THIS RESEARCH

This research contributes to the development of advanced titanium alloys for biomedical implants by demonstrating how zirconium influences surface properties after anodization and calcination. The findings indicate improved biocompatibility, performance, and durability, supporting better clinical outcomes. Moreover, the study aligns with the United Nations Sustainable Development Goals, particularly SDG 3 – Good Health and Well-being and SDG 9 – Industry, Innovation, and Infrastructure.

MARIELLE BATISTA GONÇALVES

**Influência do zircônio na modificação e caracterização da liga Ti10Mo8Nb6Zr:
Avaliação das propriedades visando aplicações biomédicas.**

Dissertação apresentada à Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, para obtenção do título de Mestra em Engenharia

Data da defesa: 06/10/2025

Banca Examinadora:


Profa. Dra. ANA PAULA ROSIFINI ALVES
Orientador - UNESP


Prof. Dr. MARCELO DOS SANTOS PEREIRA
UNESP


Profª Drª CÉLIA REGINA TOMACHUK DOS SANTOS CATUOGNO
EEL/USP

Dedico este trabalho à minha família que
sempre me apoiou em tudo.

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora *Profa. Dra. Ana Paula Rosifini Alves* e meu coorientador *Dr. João Pedro Aquiles Carobolante* por toda dedicação, incentivo e apoio;

aos meus pais, *José Marcelo* e *Maria Lenice* e a minha irmã *Millena*, por todo apoio e incentivo durante todos esses anos;

ao grupo de pesquisa de biomateriais, em especial à *Jasmine*, *Rita*, *Nathália* e *Danielle*, por todo apoio e incentivo;

ao Departamento de Materiais e Tecnologia – UNESP/FEG, pelo apoio e colaboração na realização das etapas deste trabalho;

à *Thalita*, pesquisadora do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), pela colaboração na espectroscopia Raman;

ao *Prof. Roberto Zenhei Nakazato* e *Profa. Célia Regina Tomachuk dos Santos Catuogno* por toda ajuda durante o desenvolvimento do trabalho;

à pesquisadora *Tuane* pela colaboração da análise de DRX;

ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pela concessão de bolsa de pesquisa.

“Nothing in life is to be feared; it is only to be understood. Now is the time to understand more, so that we may fear less.”

(Marie Curie).

RESUMO

O titânio e suas ligas são muito aplicados na produção de implantes, especialmente para o tecido ósseo, devido às suas excelentes propriedades de volume, biocompatibilidade e resistência à corrosão. Com a adição de elementos de liga β -estabilizadores, como Mo, Nb e Zr, consegue-se melhorar as propriedades mecânicas do material (reduzindo o módulo de elasticidade), a resistência à corrosão e a biocompatibilidade. Para essas ligas, modificações da sua superfície, como a oxidação anódica, podem melhorar a interação entre o tecido e o implante. Com essa técnica, pode-se obter a formação de diversas estruturas, desde camadas porosas até nanotubos altamente ordenados. O presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência do zircônio nas características da superfície da liga Ti10Mo8Nb6Zr, em comparação com os resultados obtidos para a liga ternária Ti10Mo8Nb em estudos anteriores realizados pelo grupo de pesquisa. As amostras utilizadas foram lixadas e limpas em banho ultrassônico. Em seguida, foram anodizadas e calcinadas a diferentes temperaturas. A superfície da liga foi analisada por meio de ângulo de contato, difração de raios X (DRX), ensaio de corrosão, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia Raman. Com a adesão do zircônio a liga apresentou uma estrutura nanotubular para as condições calcinadas a 400 °C e 450 °C, com espessura de 221 nm e estruturas nanoporosas para as demais condições analisadas. A liga apresentou boa hidrofiliabilidade e, após o tratamento térmico de calcinação, houve o surgimento da fase anatase para temperaturas acima de 400 °C. Os resultados mostraram-se promissores para aplicações biomédicas, superiores aos da liga ternária em algumas análises.

Palavras-chave: liga de titânio; oxidação anódica; superfície; biomateriais; nanotubos.

ABSTRACT

Titanium and its alloys are widely used in the production of implants, especially for bone tissue, due to their excellent bulk properties, biocompatibility, and corrosion resistance. By adding β -stabilizing alloying elements such as Mo, Nb, and Zr, it is possible to improve the mechanical properties of the material (by reducing the elastic modulus) and its corrosion resistance and biocompatibility. For these alloys, surface modifications such as anodic oxidation can enhance the interaction between the tissue and the implant. This technique allows the formation of various structures, ranging from porous layers to highly ordered nanotubes. The present work aimed to evaluate the influence of zirconium on the surface characteristics of the Ti10Mo8Nb6Zr alloy, in comparison to results previously obtained for the ternary Ti10Mo8Nb alloy in earlier studies conducted by the research group. The samples were sanded and cleaned in an ultrasonic bath, then anodized and annealed at different temperatures. The alloy surface was analyzed using contact angle measurements, X-ray diffraction (XRD), corrosion testing, scanning electron microscopy (SEM), and Raman spectroscopy. With the addition of zirconium, the alloy exhibited a nanotubular structure under calcination conditions at 400 °C and 450 °C, with a thickness of 221 nm, and nanoporous structures for the other conditions analyzed. The alloy showed good hydrophilicity, and after thermal calcination, the anatase phase emerged above 400 °C. The results proved to be promising for biomedical applications, outperforming the ternary alloy in some analyses.

Keywords: titanium alloy; anodic oxidation; surface; biomaterials; nanotubes.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Principais avanços dos biomateriais ao longo da história	14
Figura 2 - Crescimento do mercado global de materiais biomédicos	19
Figura 3 - Proporção global de produtos feitos a partir de biomateriais em 2020	20
Figura 4 - Estruturas cristalinas do titânio	22
Figura 5 - Tensão aplicada em um osso saudável	24
Figura 6 - Tensão aplicada em um implante femoral.....	24
Figura 7 - Ângulo de contato de diferentes estruturas funcionais de superfície	31
Figura 8 - Linha temporal dos métodos de fabricação de nanotubos e suas vantagens e desvantagens.....	32
Figura 9 - Esquema de célula eletrolítica (1) Fonte de tensão; (2) eletrólito; (3) contraeletrodo (cátodo); (4) eletrodo de trabalho (ânodo).	33
Figura 10 - Curva corrente x tempo de um processo de anodização	34
Figura 11 - Reações da célula eletrolítica e crescimento dos nanotubos: a) reação catódica, b) reação anódica, c) estado de transição, d) início da formação de nanotubos e e) nanotubos formados	35
Figura 12 - Morfologia de nanotubos obtidos para Ti CP após anodização a) vista superior e b) vista lateral	36
Figura 13 - Formação de nanograss durante anodização	39
Figura 14 - Morfologias da estrutura nanograss	40
Figura 15 - Gráfico diâmetro dos nanotubos em função da tensão aplicada.	41
Figura 16 - Esquema de um implante femoral.....	43
Figura 17 - Superfície de implantes para articulações: (a) implante de joelho e (b) implante de quadril.....	44
Figura 18 - Modificação de superfície para aplicações cardiovasculares	45
Figura 19 - Aplicação do titânio como implante dentário	46
Figura 20 - Fluxograma das etapas da pesquisa	47
Figura 21 - Materiais para anodização e célula eletrolítica.....	49
Figura 22 - Forno tipo mufla utilizado na calcinação	50
Figura 23 - Microscópio eletrônico de varredura Phillips XL-30 FEG	51
Figura 24 - Goniômetro utilizado para medição do ângulo de contato	52

Figura 25 - Espectrômetro utilizado para espectroscopia Raman	53
Figura 26 - Difratorômetro utilizado para análise de difração de raios-x.....	54
Figura 27 - Aparato utilizado para ensaio de corrosão	55
Figura 28 - Imagens de MEV a) liga ternária calcinada a 400 °C, b) liga quaternária calcinada a 400 °C, c) liga ternária calcinada a 450 °C e d) liga quaternária calcinada a 450 °C	56
Figura 29 - Imagens MEV após tratamentos liga quaternária Ti ₁₀ Mo ₈ Nb ₆ Zr	57
Figura 30 - Gráfico da disposição dos diâmetros dos nanotubos obtidos	58
Figura 31 - Imagem MEV da seção transversal para determinação da espessura da camada anodizada.....	59
Figura 32 - Espectroscopia Raman liga quaternária Ti ₁₀ Mo ₈ Nb ₆ Zr.....	63
Figura 33 - Espectro Raman da liga ternária Ti ₁₀ Mo ₈ Nb	64
Figura 34 - Difratorograma das oito condições analisadas da liga Ti ₁₀ Mo ₈ Nb ₆ Zr	66
Figura 35 - Difratorograma das oito condições analisadas da liga ternária Ti ₁₀ Mo ₈ Nb.....	68
Figura 36 - Curvas de potencial de circuito aberto para liga Ti ₁₀ Mo ₈ Nb ₆ Zr.	70
Figura 37 - Curvas de polarização da liga Ti ₁₀ Mo ₈ Nb ₆ Zr	71

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Métodos de modificação de superfície	28
Quadro 2 - Parâmetros de anodização (para 100 ml de solução)	49
Quadro 3 - Difrátogramas da liga Ti10Mo8Nb6Zr	66
Quadro 4 - Parâmetros determinador a partir dos ensaios de corrosão da liga Ti10Mo8Nb6Zr	71

LISTA DE TABELAS

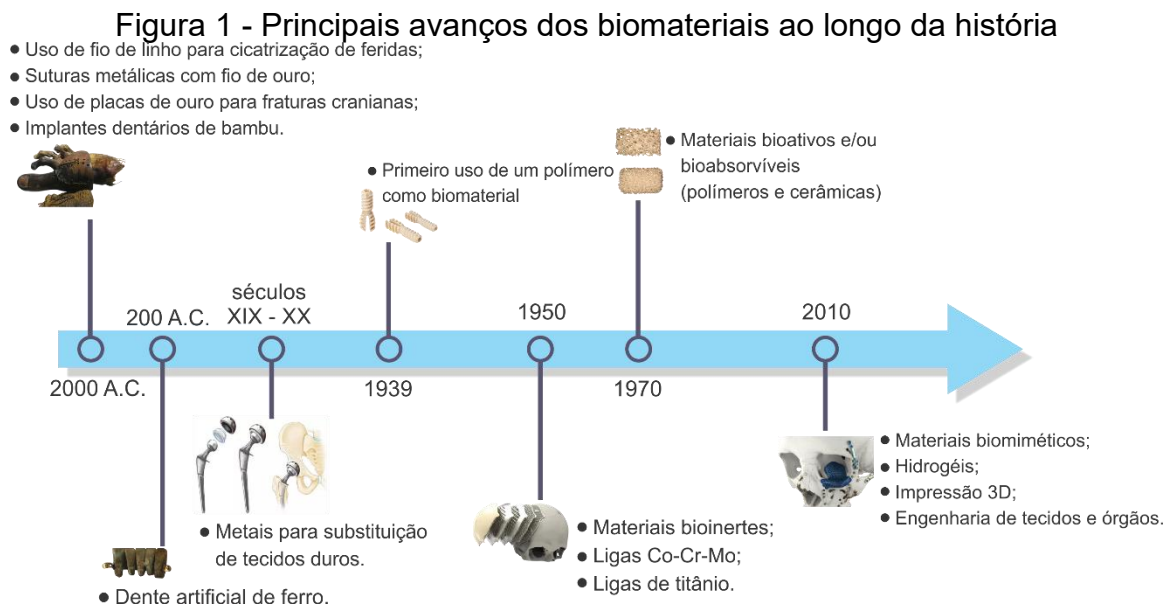
Tabela 1 - Medidas de ângulo de contato para a liga $\text{Ti}_{10}\text{Mo}_8\text{Nb}_6\text{Zr}$	60
Tabela 2 - Medidas de ângulo de contato da liga ternária $\text{Ti}_{10}\text{Mo}_8\text{Nb}$	61

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	14
1.1	OBJETIVO	16
1.1.1	Objetivos específicos.....	17
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
2.1	BIOMATERIAIS	18
2.2	TITÂNIO E SUAS LIGAS.....	21
2.3	MODIFICAÇÃO DE SUPERFÍCIE	26
2.3.1	Oxidação anódica	32
2.3.2	Tratamentos após anodização: calcinação.....	41
2.4	APLICAÇÕES BIOMÉDICAS	42
3	MATERIAIS E MÉTODOS	47
3.1	PROCESSAMENTO DA LIGA.....	48
3.2	PROCESSO DE OXIDAÇÃO ANÓDICA	48
3.3	CARACTERIZAÇÃO DA SUPERFÍCIE	50
3.3.1	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	50
3.3.2	Ângulo de contato.....	51
3.3.3	Espectroscopia Raman.....	52
3.3.4	Difratometria de raios-x (DRX).....	53
3.3.5	Ensaio de corrosão.....	54
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	56
4.1	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	56
4.2	ÂNGULO DE CONTATO	59
4.3	ESPECTROSCOPIA RAMAN.....	62
4.4	DIFRATOMETRIA DE RAIOS X.....	65
4.5	ENSAIO DE CORROSÃO	69
5	CONCLUSÃO.....	73
	REFERÊNCIAS.....	74
	DADOS CURRICULARES.....	84

1. INTRODUÇÃO

Historicamente, o uso de materiais exógenos para reparar ou substituir partes do corpo humano data de cerca de 2.000 anos A.C. É conhecido que populações egípcias antigas utilizavam fios de linho para facilitar o fechamento de feridas. E suturas metálicas também já foram utilizadas na Grécia Antiga, como foi descrito pelo médico e filósofo grego, Galen of Pergamon, no século 2 a.C. É relatado que povos Incas utilizavam placas de ouro para reparar fraturas cranianas e antigas populações Maias usavam conchas para criar dentes artificiais, chegando a conseguir promover até mesmo a osseointegração (Todros et al, 2021). A Figura 1 mostra alguns marcos na história da aplicação dos biomateriais para fins médicos.



Fonte: Adaptado de Todros et al. (2021)

No entanto, esses procedimentos realizados por povos antigos ou que datam de mais de 150 anos não levavam em conta fatores importantes como esterilização, resposta imunológica, inflamação e biocompatibilidade. Métodos antissépticos e a anestesia foram desenvolvidos a partir do século 19 e o uso de materiais biocompatíveis começou a ser possível no começo do século 20 (Todros et al., 2021; Gun-il Im, 2020).

Os desenvolvimentos no campo da engenharia de materiais do último século produziram inúmeros materiais que são compatíveis biologicamente com o corpo humano, um exemplo é o titânio e suas ligas. Eles são amplamente utilizados para

aplicações biomédicas, como válvulas artificiais, *stents* e implantes ortopédicos e dentários. Isso ocorre por conta de sua boa estabilidade química, ótimas propriedades mecânicas, boa biocompatibilidade e excelente resistência à corrosão. E por ter uma boa afinidade com o oxigênio, quando o titânio entra em contato com o ar, há a formação de uma camada passiva de óxido de titânio (TiO_2) na superfície do material, essa camada é uma das razões da ótima resistência à corrosão do titânio sob condições adversas (Durdu et al, 2021; Makurat-Kasprolewicz, Ossowska, 2023; Gun-il Im, 2020).

Quando se trata de implantes dentários e ortopédicos, o titânio comercialmente puro possui propriedades mecânicas e biocompatibilidade inferiores às exigidas para tais aplicações. Por esse motivo são utilizados os elementos de liga. Eles são adicionados para melhorar as propriedades do titânio e obter ligas mais apropriadas para as aplicações na biomedicina. É conhecido que o titânio puro passa por uma transformação alotrópica a uma temperatura de 885°C , em que ocorre a transformação da estrutura hexagonal compacta (HC) para a estrutura cúbica de corpo centrado (CCC). A alotropia do titânio ajuda a melhorar a solubilidade de elementos de liga e permite que as propriedades mecânicas do material possam ser alteradas. Isso possibilita o projeto de novas ligas, cada vez mais adequadas para as aplicações biomédicas (Chen; Thouas, 2015; Sarraf et al., 2024).

Foi observado que para aplicação de implantes ósseos é importante que o módulo de elasticidade do material do implante seja equivalente ao módulo do osso humano. Isso promoverá melhor distribuição de cargas entre o implante e o osso, evitando uma possível falha de estabilidade mecânica, causada pela redução da densidade óssea na interface implante-osso. Dessa forma, para essas aplicações, as ligas do tipo β se tornam as mais indicadas. Por possuírem valores de módulo de elasticidade mais próximos aos do osso, consegue-se evitar a ocorrência do efeito *stress shielding*, no qual o desbalanço entre os módulos de elasticidade do material implantado e do tecido leva à atrofia óssea, podendo resultar, inclusive, em uma nova fratura. A fase β apresenta essas características por conta da sua estrutura CCC, que contém mais planos e direções de escorregamento quando comparada com a fase α (Carobolante et al., 2020; Pereira et al., 2021).

A liga $\text{Ti}_{10}\text{Mo}_8\text{Nb}_6\text{Zr}$ já foi estudada anteriormente pelo grupo de pesquisa de biomateriais por Pereira Júnior (2019), mas com ênfase em suas propriedades de volume e sem nenhuma modificação na superfície. A liga apresentou módulo de

elasticidade de 83 GPa, menor do que o do Ti CP (103 – 104 GPa) e de outras ligas comerciais e ainda da liga ternária Ti10Mo8Nb (90 GPa). E se mostrou mais resistente à corrosão e com maior viabilidade celular quando comparada com o Ti CP e a liga Ti10Mo8Nb. A associação de um reduzido efeito de *Stress Shielding*, vinculado à ausência de toxicidade e excelente viabilidade de crescimento celular, nos leva a concluir que a liga Ti10Mo8Nb6Zr é uma grande candidata para aplicações biomédicas (Pereira Júnior, 2019).

No entanto, algumas de suas propriedades ainda podem ser melhoradas com a aplicação de técnicas de modificação de superfície. Essas técnicas aumentam a interação entre células e implante, melhorando a osseointegração e a bioatividade do material. Isso pode levar a uma maior vida útil do implante e menores gastos com cirurgias de substituição/revisão. Uma possibilidade atrativa, visto que, em 2023, cerca de um quarto dos pacientes com algum tipo de prótese precisou fazer uma cirurgia de revisão para substituir a prótese, por conta do aumento da expectativa de vida da população (Mohan et al., 2020; Durdu et al., 2021; Djendel et al., 2023).

Para a realização de modificações na superfície de materiais, a oxidação anódica é uma técnica relativamente simples e de menor custo, além de extremamente efetiva para a produção de nanoestruturas ordenadas de óxido de titânio na superfície do material. A morfologia da camada anodizada irá depender de alguns parâmetros como composição da liga, composição do eletrólito, tensão aplicada, tempo de anodização e pH da solução. Por exemplo, o pH da solução anódica afeta a capacidade do eletrólito de dissolver a camada de óxido de titânio formada espontaneamente. Já o potencial aplicado determina a força do campo elétrico através do óxido, o que afeta a migração de íons e consequentemente o diâmetro da nanoestrutura. (Durdu et al., 2021; Regonini et al., 2013).

Este presente trabalho explorou a modificação de superfície da liga Ti10Mo8Nb6Zr e avaliou a influência do Zr nas propriedades da superfície da liga, após oxidação anódica. Os resultados obtidos da presente pesquisa serão comparados com os resultados apresentados pela liga ternária Ti10Mo8Nb, anteriormente estudada pelo grupo de biomateriais e publicados no artigo escrito por Carobolante em 2020.

1.1 OBJETIVO

O objetivo geral deste trabalho é a comparação dos resultados da anodização da liga quaternária Ti10Mo8Nb6Zr com os da liga ternária Ti10Mo8Nb, analisando a influência do zircônio no processo.

1.1.1 Objetivos específicos

Para atender a esse objetivo geral, deverão ser atendidos os seguintes objetivos específicos.

- Anodização e calcinação das amostras em diferentes temperaturas;
- Caracterização da camada anodizada quanto a morfologia, hidrofilicidade, resistência à corrosão e as fases cristalinas da camada formada;
- Comparação com resultados da liga ternária identificando as contribuições do zircônio.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

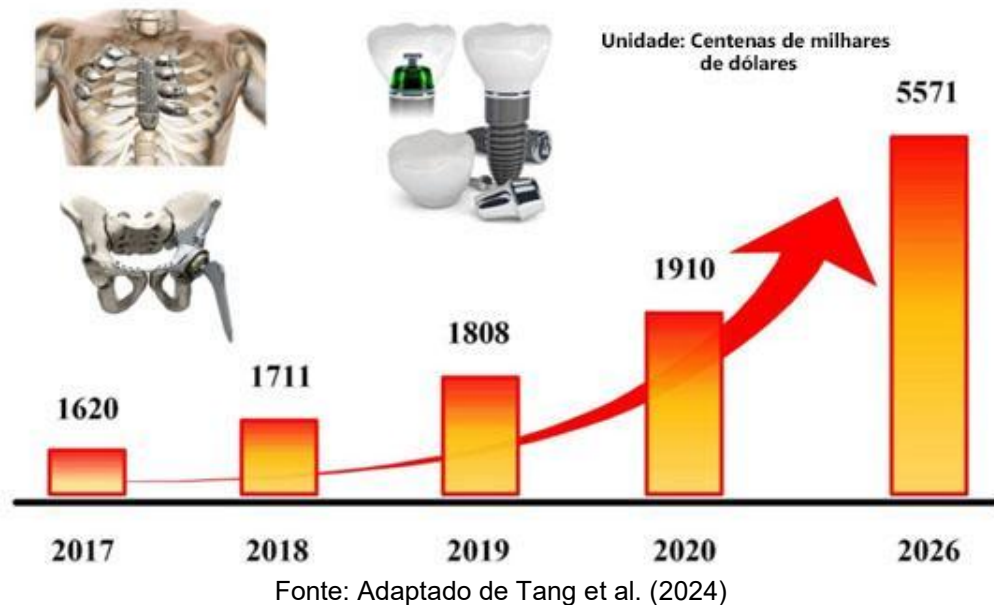
2.1 BIOMATERIAIS

Biomateriais são materiais artificiais ou naturais, usados na fabricação de estruturas ou implantes, que irão substituir alguma estrutura biológica que foi perdida ou que esteja doente e também restaurar a sua forma e função. No passado, metais preciosos como ouro, prata e platina foram amplamente utilizados na fabricação de implantes. No entanto, devido ao seu alto custo e às suas limitações, como propriedades mecânicas inadequadas, compatibilidade biológica variável e dificuldades na fabricação, esses materiais foram substituídos por opções metálicas mais acessíveis, com características mais adequadas para aplicações biomédicas (Geetha et al., 2009; Calazans Neto et al., 2024).

Mesmo naquela época, na busca por alternativas com desempenho semelhante, a indústria começou a empregar metais-base, como as ligas de cobalto-cromo (Co-Cr) e o aço inoxidável, para a fabricação de implantes. As ligas Co-Cr são conhecidas por sua alta resistência mecânica e ótima resistência ao desgaste e à corrosão. Entretanto, o cobalto pode liberar íons prejudiciais e causar reações inflamatórias em alguns pacientes. Já o aço inoxidável, especialmente o tipo AISI 316L, apresentava um bom custo-benefício em comparação às outras ligas. Contudo, em condições fisiológicas agressivas, poderiam ocorrer corrosão localizada e erosão do material, resultando na liberação de íons metálicos tóxicos no corpo do paciente (Calazans Neto et al., 2024).

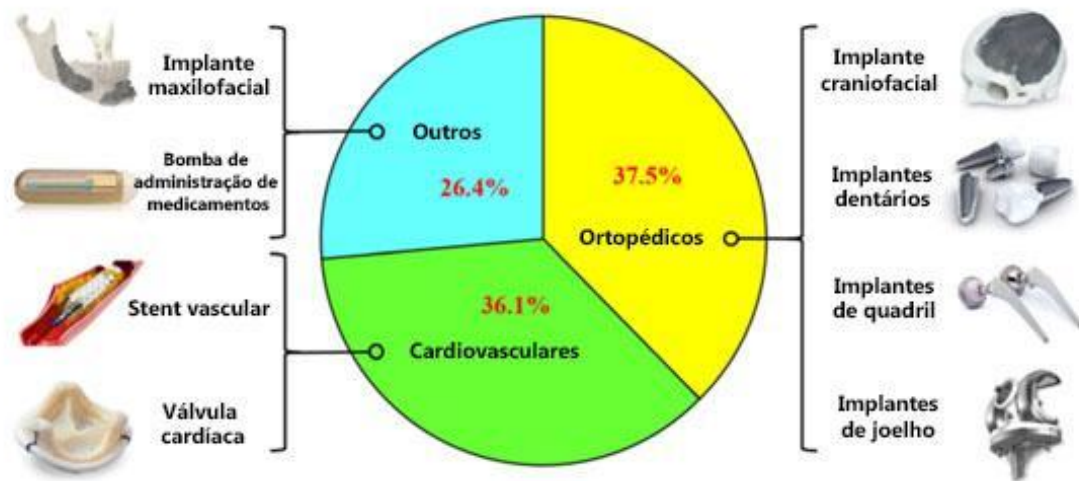
A partir da segunda metade do século XX, o estudo dos biomateriais passou por uma notável evolução, resultando em grandes avanços, o que incentivou o aprofundamento dos estudos sobre esses materiais (Guerra-Yáñez et al., 2023). Com a aceleração do processo de envelhecimento da população, bem como o aumento contínuo de casos de câncer ósseo e acidentes de trânsito, a reparação e substituição de tecidos duros, como ossos e dentes, tornaram-se cada vez mais importantes. Consequentemente, houve um grande crescimento da demanda por materiais de alta qualidade para substituição desses tecidos duros. De acordo com estatísticas, o tamanho do mercado global de materiais biomédicos e seus produtos atingiu 191 bilhões de dólares em 2020, e espera-se que esse valor ultrapasse 557,1 bilhões de dólares até 2026 (Figura 2) (Tang et al., 2024; Arifin et al., 2014).

Figura 2 - Crescimento do mercado global de materiais biomédicos



Um resumo da proporção global de produtos feitos a partir de biomateriais em 2020 pode ser visto na Figura 3. Como pode ser observado, os campos médicos ortopédico e cardiovascular possuem a maior demanda, representando 37,5% e 36,1% do mercado global de biomateriais, respectivamente. Como materiais de implantes biomédicos, o módulo de elasticidade, a resistência à fadiga e a biocompatibilidade são fatores críticos para substituições e reparos de tecidos. A resistência dos materiais de implante determina sua capacidade de suportar cargas, enquanto a biocompatibilidade define o sucesso da cirurgia de implantação. Atualmente, os materiais metálicos, cerâmicos e poliméricos são os três tipos mais comumente usados no campo dos implantes biomédicos (Tang et al., 2024).

Figura 3 - Proporção global de produtos feitos a partir de biomateriais em 2020



Fonte: Adaptado de Tang et al. (2024)

Para que os implantes tenham um bom desempenho, é necessário que o biomaterial apresente uma série de atributos, como propriedades mecânicas apropriadas, biocompatibilidade, alta resistência à corrosão e ao desgaste, e boa osseointegração. É importante que o módulo de elasticidade do biomaterial seja equivalente ao do osso do corpo humano, cujo valor costuma variar entre 4 a 30 GPa dependendo do tipo de osso. Isso evita o efeito de *stress shielding*, que ocorre quando os esforços não são bem distribuídos entre o osso e o implante, dificultando o crescimento ósseo e podendo levar à perda da prótese. (Carobolante, 2017; Niinomi; Nakai, 2011).

A biocompatibilidade é essencial para determinar se o material é adequado para aplicações biomédicas, visto que ele não pode causar respostas alérgicas, inflamatórias, tóxicas ou trombogênicas no paciente. Muitos implantes dentários normalmente falham por conta de respostas alérgicas aos íons de titânio que são liberados pelo implante dentro do corpo e levam a uma inflamação do tecido ao redor do implante. Dessa forma, os dois principais fatores que influenciam a biocompatibilidade são: a resposta do organismo do paciente ao material do implante e a degradação do material dentro do corpo. Nesse contexto, é importante saber a classificação dos biomateriais de acordo com a resposta dada pelo corpo humano após contato com o material. Nessa classificação nós temos os materiais bioativos, biotolerantes e bioabsorvíveis. Em muitos casos é preferível o material bioativo, por ele promover uma melhor integração do implante com o osso, no entanto, materiais

biotolerantes também são utilizados na fabricação de implantes (Geetha et al., 2009; Ou et al., 2021).

A biocompatibilidade da superfície de implantes também é crucial para promover uma boa osseointegração, ou seja, uma boa integração entre o osso do corpo humano e a superfície do implante. O termo osseointegração foi utilizado pela primeira vez pelo Dr. Per-Ingvar Brånemark, que foi pioneiro nas pesquisas sobre a conexão estrutural e funcional entre o osso e a superfície do implante. Quando não se consegue ter uma boa integração entre o osso e o implante, é provável a formação de um tecido fibroso entre as partes, que influencia na distribuição de forças na interface osso/implante. Isso pode gerar micromovimentações e inflamação, levando à perda do implante. Desse modo, é essencial que o material do implante apresente uma superfície adequada para que aconteça uma boa união entre o osso e o implante. A composição química da superfície, sua rugosidade e topografia são características de grande importância para se ter uma boa osseointegração. Superfícies com adequada dureza e altamente hidrofílicas são mais propensas a promover a deposição óssea (Arifin et al., 2014; Hao et al., 2021; Marin; Lanzutti, 2023; Capellato et al., 2021).

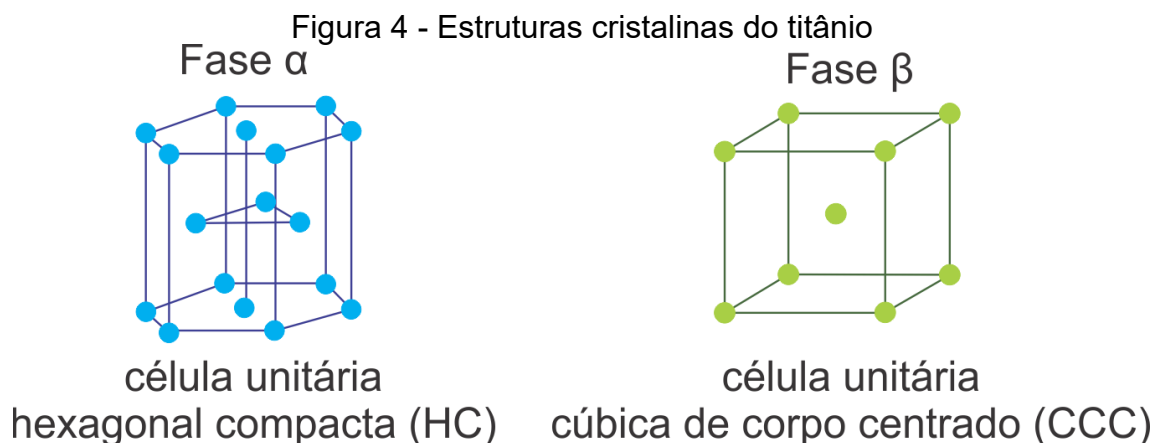
Já com relação à resistência à corrosão, idealmente, ela deve ser alta o suficiente para que a liberação dos íons metálicos pelo implante seja mínima nas condições mais severas de corrosão do corpo, e se mantenha em um nível baixo por um longo período de serviço quando em condições fisiológicas normais. O período de serviço de um implante é principalmente determinado por sua resistência ao desgaste e à abrasão. Portanto, o desenvolvimento de implantes com alta resistência à corrosão e ao desgaste é de extrema importância para a sua longevidade dentro do corpo (Chen; Thouas, 2015; Ionescu et al., 2019).

2.2 TITÂNIO E SUAS LIGAS

Um dos elementos amplamente estudados para uso em biomateriais é o titânio. Isso se deve ao fato de o titânio apresentar boas propriedades mecânicas, além de excelente resistência à corrosão e boa biocompatibilidade. É amplamente utilizado na área biomédica, como articulações artificiais, implantes de raízes dentárias e *stents* vasculares. Ele é um material com alto ponto de fusão, o que lhe permite manter sua integridade estrutural em altas temperaturas de processamento. Também é um material com baixa condutividade elétrica quando comparado com outros metais.

Propriedade que pode ser útil quando se quer evitar indesejáveis interações elétricas do implante médico com o tecido do corpo (Guerra-Yáñez et al., 2023; Carobolante et al., 2020; Chen; Marin; Lanzutti, 2023).

Ainda com relação às propriedades físicas do titânio, ele possui duas configurações principais quanto à sua estrutura cristalina (figura 4). Uma delas é chamada de estrutura α , que possui uma geometria hexagonal compacta (HC), e a outra é a estrutura β , que apresenta uma geometria cúbica de corpo centrado (CCC). É possível ter a transformação de um tipo de estrutura para o outro, devido a uma propriedade do titânio, chamada alotropia. Essa transformação alotrópica ocorre no titânio puro a uma temperatura de 885 °C. A essa temperatura, a estrutura HC se transforma na estrutura CCC. Essa transformação estrutural aumenta a distância entre os átomos, facilitando o movimento e criando mais espaços vazios, os quais são propensos a efeitos de elasticidade e memória de forma devido à menor rigidez estrutural e ao menor módulo de elasticidade. A alotropia do titânio também ajuda a melhorar a solubilidade de elementos de liga, possibilitando o projeto de novas ligas cada vez mais adequadas para as aplicações biomédicas (Guerra-Yáñez et al., 2023; Carobolante, 2017; Chen; Thouas, 2015; Calazans Neto et al., 2024; Marin; Lanzutti, 2023).



Fonte: Elaborado pelo autor

Dentre as propriedades químicas do titânio, uma das mais importantes é a passivação. Por ser um material altamente reativo, assim que o metal entra em contato com o ambiente, há a formação de uma camada de óxido estável e amorfa (TiO₂). Essa camada impede a liberação de íons de Ti para o meio, o que proporciona uma

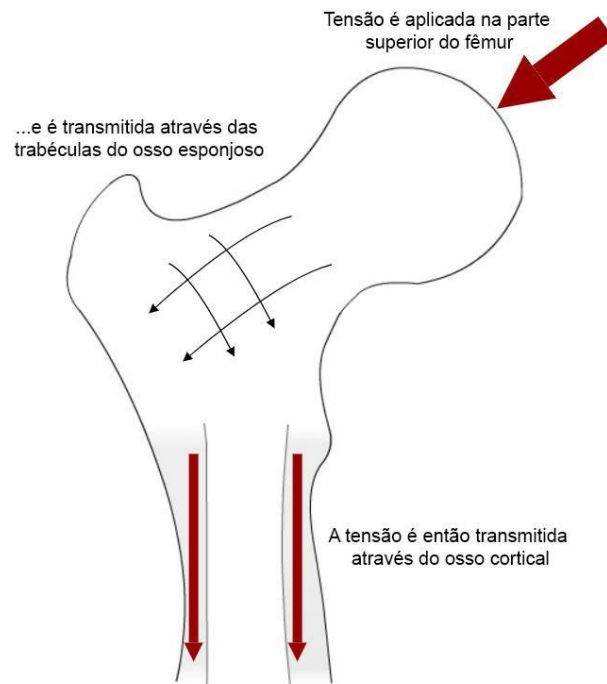
boa resistência à corrosão ao material e melhor biocompatibilidade. (Guerra-Yáñez et al., 2023; Tang et al., 2024; Carobolante et al., 2020; Marin; Lanzutti, 2023).

Com relação às suas propriedades mecânicas, o titânio é um material com alta resistência mecânica, o que o torna uma boa alternativa para aplicações ortopédicas, que normalmente possuem grandes solicitações mecânicas. Apresenta ótima resistência à fadiga, o que o faz ideal para aplicações com longas expectativas de uso. E o titânio também apresenta baixo módulo de elasticidade quando comparado com outros metais, e essa característica pode ser melhorada ainda mais com a adição de elementos de liga (Marin; Lanzutti, 2023; Ali; Almaatoq; Mohamed, 2013; Pesode; Barve, 2023).

As ligas de titânio tipo α apresentam melhor resistência à corrosão, mas limitada resistência mecânica a baixas temperaturas. Por outro lado, as ligas do tipo $\alpha + \beta$ apresentam melhor resistência mecânica, justamente por ter a presença de ambas as fases. E as ligas do tipo β apresentam as características únicas de baixo módulo de elasticidade e superior resistência à corrosão (Guerra-Yáñez et al., 2023; Carobolante, 2017; Konatu et al., 2023).

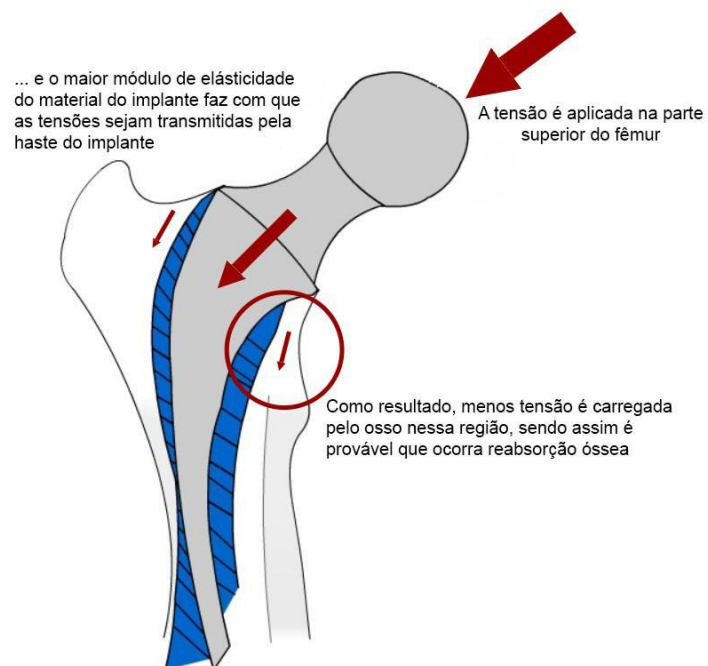
Foi observado que para aplicação de implantes ósseos é importante que o módulo de elasticidade do material do implante seja equivalente ao do módulo do osso. Dessa forma, para essas aplicações, as ligas do tipo β se tornam as mais indicadas. Por possuírem valores de módulo de elasticidade mais próximos aos do osso, consegue-se evitar a ocorrência do efeito *stress shielding*, no qual o desbalanço entre os módulos de elasticidade do material implantado e do tecido leva à atrofia óssea, podendo resultar, inclusive, em uma nova fratura. Por exemplo, em um osso femoral saudável, como mostrado na figura 5, a tensão aplicada na parte superior do fêmur é transmitida através das trabéculas do osso esponjoso para o osso cortical. Na figura 6 vemos um implante femoral feito de um material que possui módulo de elasticidade maior do que o do osso femoral. Nesse caso, a tensão que é aplicada na parte superior do fêmur é transmitida pela haste do implante e, como resultado, menos tensão é carregada pelo osso nessa região. Sendo assim, é provável que ocorra reabsorção óssea (Guerra-Yáñez et al., 2023; Carobolante, 2017; Arifin et al., 2014).

Figura 5 - Tensão aplicada em um osso saudável
Ossos Saudáveis



Fonte: Adaptado de Arifin et al. (2014)

Figura 6 - Tensão aplicada em um implante femoral
Implante Femoral



Fonte: Adaptado de Arifin et al. (2014)

Como foi visto, a fase β só está presente normalmente a altas temperaturas, sendo necessária a presença de elementos de liga para que essa fase se estabilize na temperatura ambiente. Esses elementos de liga podem ser classificados em três categorias: (1) α -estabilizadores, como por exemplo Al, O, N, C; (2) β -estabilizadores, como por exemplo Mo, V, Nb, Ta (isomorfos), Fe, W, Cr, Si, Co, Mn, H (eutetóides); (3) neutros, como por exemplo o Zr. Os elementos α -estabilizadores tendem a ampliar a faixa de estabilidade da fase α , aumentando a temperatura de transformação α/β , que é denominada β -transus. Já os elementos β -estabilizadores têm o papel inverso; eles diminuem a temperatura β -transus, facilitando a estabilização da estrutura cúbica de corpo centrado à temperatura ambiente (Nnamchi et al., 2015; Carobolante, 2017; Fanton et al., 2022).

Dentre os elementos β -estabilizadores e neutros, o Nb e o Zr são elementos conhecidos por sua excelente biocompatibilidade. O uso do Mo é ainda controverso, mas estudos têm mostrado adequada compatibilidade mecânica e boa citocompatibilidade de ligas de titânio contendo molibdênio. Também vale ressaltar que o Mo possui melhores propriedades β estabilizadoras do que outros elementos, como o Nb e o Ta. O zircônio, sendo um elemento de transição pertencente ao grupo quatro da tabela periódica, é quimicamente similar ao titânio e não apresenta efeitos tóxicos. A adição de Zr retarda a transformação martensítica durante o resfriamento, contribuindo assim para a temperabilidade da liga. Também pode aumentar a resistência à corrosão da camada de óxido formada na superfície da liga e diminuir a liberação de íons de titânio, que podem causar reações inflamatórias no corpo do paciente. Estudos in vitro mostraram que o óxido ZrO₂ (zircônia) e íons de Zr podem promover a proliferação e diferenciação de osteoblastos na superfície de implantes. (Nnamchi et al., 2015; Calazans Neto et al., 2024; Ou et al., 2021; Lee et al., 2014; Dhiflaoui et al., 2025; Kumar et al., 2023).

A liga quaternária Ti10Mo8Nb6Zr já foi estudada anteriormente por Pereira Júnior (2019), em que foram feitos o processamento e a caracterização da liga visando aplicações biomédicas. Nessa pesquisa, a liga apresentou um módulo de elasticidade menor do que o Ti CP e outras ligas comerciais e ainda a liga Ti10Mo8Nb. Esse feito reduz as chances de ocorrer o processo de *stress shielding*. A liga também mostrou maior resistência à corrosão e maior viabilidade celular quando comparada ao Ti CP e à liga Ti10Mo8Nb. Essas propriedades associadas à não toxicidade da liga mostram que a liga Ti10Mo8Nb6Zr é uma grande candidata à aplicação biomédica. Dessa

forma, estudos sobre a modificação de sua superfície se mostram pertinentes. Essas modificações podem melhorar propriedades como a biocompatibilidade, a osseointegração e a resistência à corrosão do material. Influenciando também na estabilidade inicial e a longo prazo de implantes (Xu et al., 2022).

A estabilidade inicial e de longo prazo dos implantes de titânio é um fator crucial para determinar a sua vida útil. A estabilidade inicial refere-se à fixação mecânica que o implante tem no momento da cirurgia e nas primeiras fases de cicatrização. Isso é importante porque, logo após a implantação, ainda não houve tempo para que o osso crescesse ao redor do implante. Essa estabilidade é alcançada através das forças mecânicas que atuam entre a superfície do implante e o osso circundante. Quanto maior a área de contato entre o implante e o osso, mais forte será essa fixação inicial. Tornar a superfície do implante mais rugosa (utilizando técnicas como a oxidação anódica ou jateamento, por exemplo) pode aumentar a área de contato com o tecido ósseo, criando uma espécie de “ancoragem mecânica” entre o implante e o osso, o que melhora sua estabilidade nas primeiras semanas após a cirurgia, quando o osso ainda está se regenerando (Tang et al., 2024; Marin; Lanzutti, 2023).

A estabilidade a longo prazo dos implantes de titânio e suas ligas depende da sua capacidade de osseointegração, que é a integração direta entre o osso e o implante, sem a presença de tecido conjuntivo ou fibroso intermediário. Isso envolve dois fenômenos principais que são a osteocondução e a osteoindução. A osteocondução é a capacidade da superfície do implante de fornecer um suporte físico adequado para o crescimento do osso. A superfície atua como um “guia” para que as células ósseas (osteoblastos) cresçam ao longo dela. Já a osteoindução refere-se à capacidade de estimular a diferenciação de células progenitoras ou indiferenciadas em osteoblastos, que são responsáveis pela formação óssea. No entanto, a superfície de implantes de titânio é biologicamente inerte, o que significa que, por si só, ela não estimula ativamente a formação de novo tecido ósseo (osteogênese) (Tang et al., 2024; Marin; Lanzutti, 2023).

Por esse motivo, muitas pesquisas focam em modificar a superfície dos implantes com formação de diferentes morfologias (nanotubos), revestimentos bioativos ou tratamentos químicos. Isso pode melhorar tanto a osteocondução quanto a osteoindução entre o osso e o implante.

2.3 MODIFICAÇÃO DE SUPERFÍCIE

Apesar de inúmeras características que são propícias para o uso como biomaterial, o titânio também possui limitações. Por ser um material bioinerte, implantes de titânio não conseguem formar vínculos químicos com o tecido ao seu redor. Eles formam somente vínculos físicos, em que a estabilidade é menor do que em vínculos químicos, o que pode levar à falha do implante no longo prazo. O titânio também carece de propriedades antibacterianas naturais, o que o torna suscetível ao desenvolvimento de colônias de bactérias. Essas bactérias podem crescer em biofilmes na superfície do implante e interferir na efetividade de antibióticos, podendo levar a infecções (Zhu et al., 2021; Jasinsk et al., 2025).

Realizar modificações na superfície do titânio e em suas ligas é um excelente método para melhorar a biocompatibilidade, a osseointegração, a resistência à corrosão e as propriedades biológicas do material. Uma modificação de superfície adequada mantém as excelentes propriedades de volume do titânio, como o baixo módulo de elasticidade, boa resistência à fadiga, conformabilidade e usinabilidade, e melhora as propriedades específicas da superfície, que são requeridas dependendo das aplicações médicas. Caso não ocorra a seleção adequada das propriedades da superfície, as células podem formar uma camada de tecido fibroso entre o implante e o osso, colocando em risco o sucesso do implante (Kulkarni et al., 2015; Marin; Lanzutti, 2023; Minagar et al., 2012).

Existem inúmeros métodos que podem ser utilizados para realizar modificações na superfície de um material. Eles podem ser classificados em métodos mecânicos, métodos químicos e métodos físicos. O quadro 1 abaixo apresenta alguns dos métodos empregados para titânio e suas ligas.

Quadro 1 - Métodos de modificação de superfície

Método	Categoria	Descrição resumida
Eletrofiação	Mecânico	Formação de fibras nanométricas a partir de uma solução esticada por campo elétrico.
Pulverização catódica (sputtering)	Mecânico/Físico	Bombardeamento de alvo sólido por íons, liberando átomos que se depositam no substrato.
Processo sol-gel	Químico	Síntese via hidrólise e condensação de precursores, evoluindo de sol coloidal para gel e depois para óxido.
Método hidrotérmico	Químico	Crescimento de cristais nanométricos em autoclave sob alta pressão e temperatura.
Anodização / Oxidação anódica	Químico	Técnica eletroquímica que forma camadas ordenadas de óxido (ex.: nanotubos).
Método assistido por template (ou molde)	Químico	Uso de um molde que direciona a formação de nanoestruturas como tubos ou poros.
Eletrodeposição	Químico	Deposição de filmes ou camadas via reação eletroquímica em solução.
Deposição química a vapor (CVD)	Químico	Decomposição de vapores precursores sobre o substrato, formando filmes finos.
Deposição física a vapor (PVD)	Físico	Evaporação ou sublimação de material que se condensa como filme no substrato.
Deposição por camadas atômicas (ALD)	Físico	Deposição em ciclos sequenciais, controlando a espessura camada por camada.
Revestimento por imersão	Físico	Substrato é mergulhado em solução precursora e retirado lentamente, formando filme uniforme.
Revestimento por rotação	Físico	Solução é depositada sobre substrato em rotação, espalhando-se em filme fino.

Fonte: Adaptado de Kulkarni et al. (2015)

Modificações mecânicas também envolvem tratamentos relativamente mais simples como moagem, lixamento, polimento e jateamento com areia. Eles são frequentemente usados como pré-tratamento para otimizar os resultados de outros métodos de modificação (Zhu et al., 2021).

O intuito de revestimentos como a deposição química de vapor (CVD) e a deposição física de vapor (PVD) é melhorar a resistência ao atrito e ao desgaste do titânio. Visando, por exemplo, aplicações como implantes de cabeça femoral, que possuem maiores solicitações mecânicas nesse sentido. Atualmente, esse método é mais utilizado para reduzir adesão celular e prevenir reestenose (estreitamento repetido de uma artéria que já foi tratada para desobstrução) em aparelhos cardiovasculares (Marin; Lanzutti, 2023).

Materiais inorgânicos também podem ser depositados na superfície do titânio para melhorar as propriedades biológicas do material, como, por exemplo, compostos de cálcio. Dentre os mais utilizados temos óxidos, titanatos, carbonatos, fosfatos e apatitas. Compostos de cálcio são utilizados particularmente por conta de suas propriedades de osseointegração e regeneração e por conta de suas similaridades químicas com o tecido ósseo (Marin; Lanzutti, 2023).

A superfície funcional dos implantes consiste em estruturas com diversas morfologias, escalas e funções específicas. Essas estruturas podem melhorar tanto a estabilidade inicial quanto a de longo prazo dos implantes de titânio e suas ligas, além de aumentar suas propriedades antibacterianas, o que tem sido um tema de pesquisa ativo no campo biomédico. Estudos indicam que as propriedades físicas e químicas das superfícies dos implantes de titânio e suas ligas podem ser significativamente aprimoradas com a criação de microestruturas de diferentes formas e tamanhos na superfície dos implantes. Essas microestruturas podem induzir a migração e diferenciação de osteoblastos, além de aumentar a molhabilidade da superfície dos implantes, melhorando sua biocompatibilidade e garantindo uma integração firme com o tecido ósseo. Essa abordagem é eficaz para resolver problemas de baixa osseointegração e fracas propriedades antibacterianas nas superfícies dos implantes. A estrutura funcional na superfície dos implantes de titânio e suas ligas está se tornando cada vez mais complexa, à medida que se busca um uso mais amplo e maior desempenho (Tang et al., 2024; Kulkarni et al., 2015).

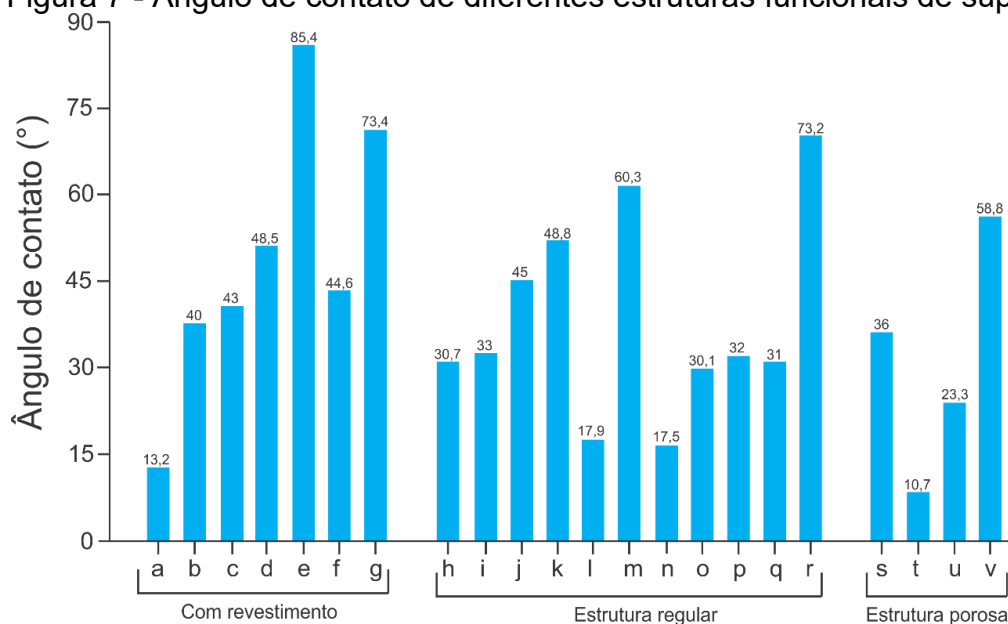
É reportado que estruturas de nanotubos melhoram a atividade celular e aceleram o crescimento de osteoblastos, facilitando a osseointegração e melhorando a bioatividade do implante. Isso torna essas estruturas com grande potencial, pois elas possuem ótima compatibilidade biomecânica quando comparadas a outros biomateriais artificiais (Durdu et al., 2021; Wu et al., 2025; Rangel et al., 2018).

Somente a mudança na porosidade da estrutura já apresenta influência na adesão de células ósseas (osteoblastos) e no seu crescimento e proliferação pelas estruturas nanométricas da superfície do implante. As estruturas porosas, produzidas por técnicas de modificação de superfície, quando comparadas com revestimentos e estruturas regulares, têm as vantagens de possuírem baixa densidade, grande área de superfície específica e boa absorção de energia, o que pode reduzir o efeito de stress shielding e melhorar o desempenho de osseointegração (Tang et al., 2024; Kulkarni et al., 2015).

Molinari et al. fabricaram implantes de liga de titânio porosa, com porosidade variando de 47,8% a 82,6%, usando tecnologia de fusão seletiva a laser (SLM), realizando testes de propriedades mecânicas e de adesão celular. Os resultados experimentais mostraram que implantes de titânio poroso com porosidade entre 65% e 75% apresentaram a melhor resistência e osseointegração. Zaharin et al. também utilizaram a tecnologia SLM para fabricar implantes de liga de titânio porosa com porosidade variando de 57,48% a 79,36%. Eles descobriram que as propriedades mecânicas dos implantes se aproximavam das do osso natural quando a porosidade era de aproximadamente 70%.

Uma característica importante a se observar na superfície do implante é o seu ângulo de contato. A molhabilidade dos implantes de titânio e suas ligas desempenha um papel importante na adsorção de proteínas, bem como na proliferação e diferenciação de osteoblastos. Em certa medida, uma alta molhabilidade pode promover a biocompatibilidade dos implantes. Estruturas funcionais podem ser fabricadas na superfície dos implantes para melhorar as propriedades hidrofílicas. De acordo com a fórmula do modelo de Wenzel, para superfícies hidrofílicas, quanto maior o grau de rugosidade da superfície, menor o ângulo de contato e melhor a hidrofiliabilidade da superfície. Na figura 7, mostram-se valores médios de ângulo de contato para diferentes tipos de superfícies; esses valores foram reunidos a partir de diferentes estudos realizados sobre o tema. (Tang et al., 2024).

Figura 7 - Ângulo de contato de diferentes estruturas funcionais de superfície



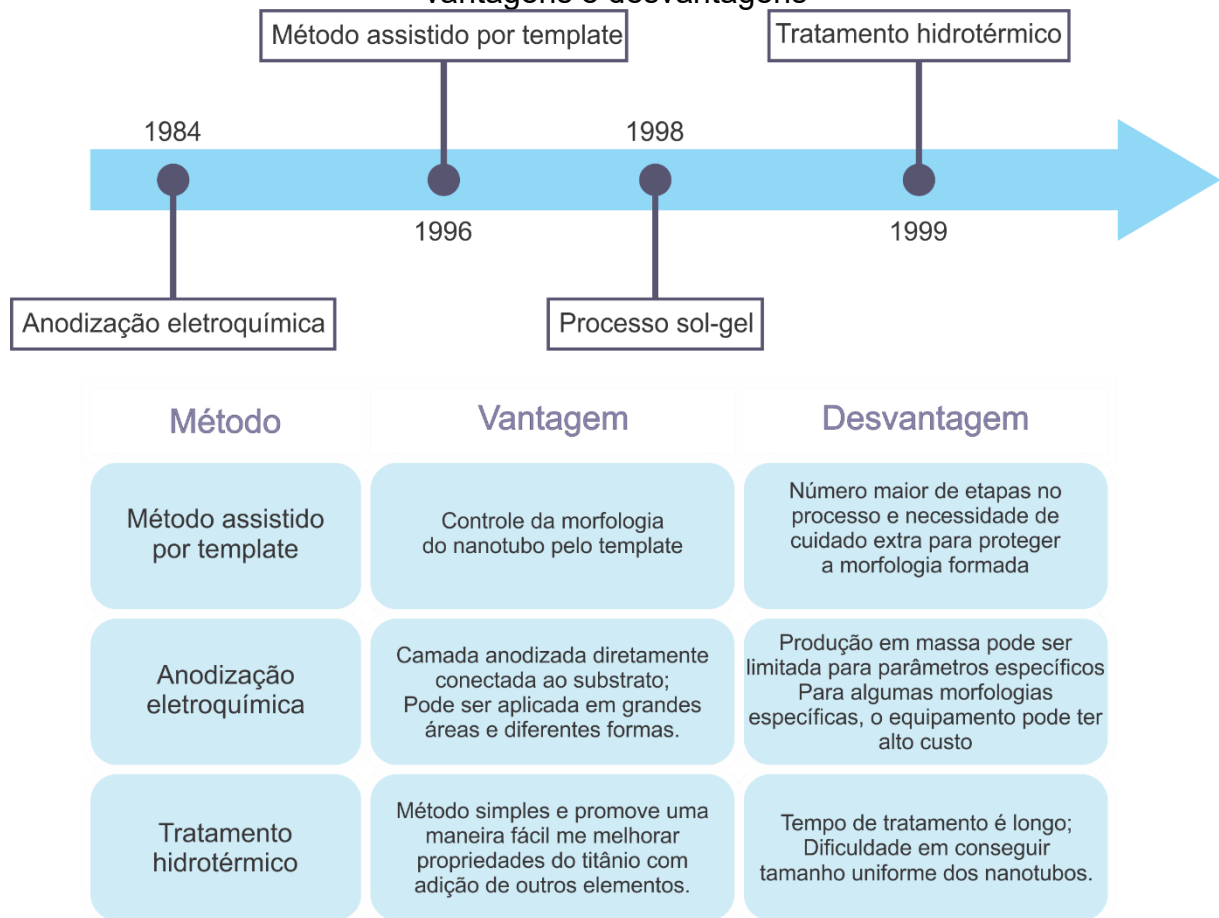
Legenda das referências utilizadas no gráfico:

- | | | | | |
|-----------------------|-------------------------|-----------------------|-------------------------------|----------------------|
| a) Lu et al., 2019 | f) Zhou; Zhao, 2016 | k) Sun et al., 2021 | p) Zwahr et al., 2019 | u) Wang et al., 2013 |
| b) Vu et al., 2019 | g) Zhao et al., 2022 | l) Wang et al., 2016 | q) Lin et al., 2020 | v) Wang et al., 2021 |
| c) Kang et al., 2022 | h) Sajjady et al., 2019 | m) Wan et al., 2018 | r) Wang et al., 2019 | |
| d) Kang et al., 2022 | i) Wang et al., 2019 | n) Wang et al., 2019 | s) Mansoorianfar et al., 2017 | |
| a) Zhang et al., 2020 | j) Zheng et al., 2022 | o) Dumas et al., 2015 | t) Wang et al., 2020 | |

Fonte: Adaptado de Tang et al. (2024)

A primeira menção sobre formação de estruturas nanoporosas foi por Assefpour-Dezfuly et al. em 1984 (utilizando o processo de anodização). Hoyer et al. publicaram sobre a formação de nanotubos utilizando o método assistido por template em 1996. Mais tarde na história, pesquisas reportaram o uso de métodos sol-gel e tratamento hidrotérmico. Por volta de 1999, Zwilling et al. também contribuíram com a discussão sobre a formação de camadas porosas de TiO_2 ; eles realizaram anodização de uma folha de titânio em uma solução de ácido crômico, com e sem a adição de ácido fluorídrico. Uma década depois, Gong et al. reportaram a formação de uma camada uniforme de nanotubos utilizando a oxidação anódica do titânio em um eletrólito de ácido fluorídrico. Cada método de fabricação possui suas vantagens e desvantagens; algumas podem ser vistas na figura 8 (Kulkarni et al., 2015; Fraoucene et al., 2019; Mor et al., 2006; Zakir et al., 2023; Wang et al., 2024).

Figura 8 - Linha temporal dos métodos de fabricação de nanotubos e suas vantagens e desvantagens



Fonte: Adaptado de Kulkarni et al. (2015)

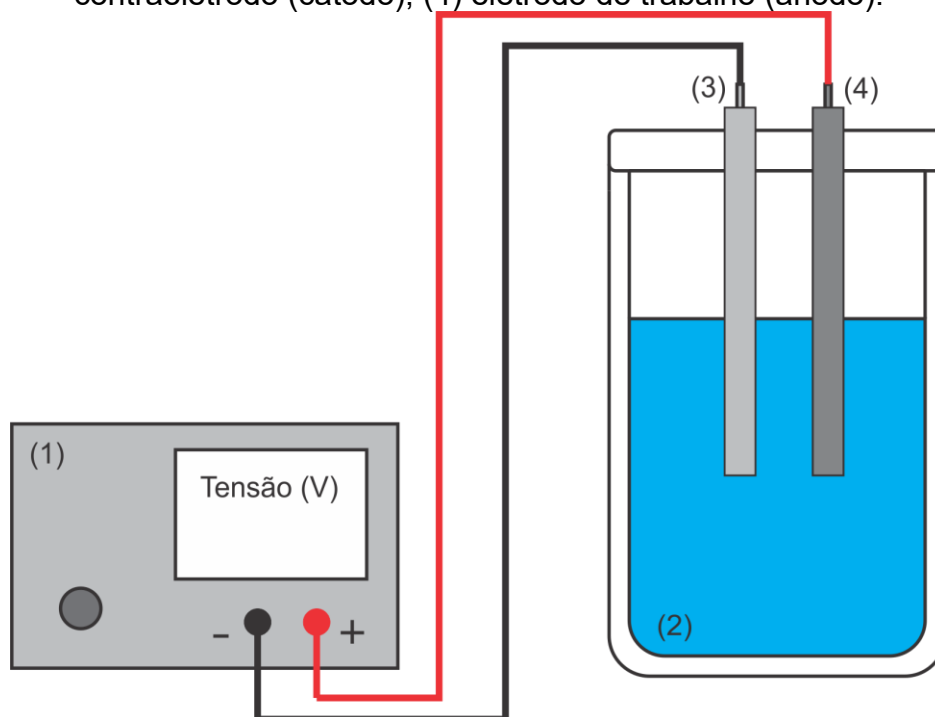
2.3.1 Oxidação anódica

O titânio, assim como outros metais de transição, é capaz de produzir uma camada de óxido (TiO_2) em sua superfície e pode ser submetido a modificações eletroquímicas em sua superfície. Nesse método, reações de oxidação e redução ocorrem entre o cátodo e o ânodo de uma célula eletrolítica. Com a aplicação de uma tensão, a camada de óxido desejada é formada na superfície do material, obtendo uma morfologia nanoporosa, com paredes cilíndricas (Minagar et al., 2012; Kirmanidou et al., 2016).

A oxidação anódica é uma técnica de modificação de superfície que exige equipamentos e reagentes mais simples e de baixo custo e proporciona melhor controle da morfologia da estrutura formada (Minagar et al., 2012; Zhu et al., 2021). O processo eletroquímico em questão é realizado com sistemas de dois ou três

eletrodos. É utilizada a amostra de titânio como ânodo, um eletrodo de platina como cátodo e, em casos com um terceiro eletrodo, é usado um eletrodo Ag|AgCl como o eletrodo de referência. Os eletrodos são imersos em um eletrólito e sobre eles se aplica uma tensão usando uma fonte DC, como mostrado na Figura 9 (Kulkarni et al., 2015).

Figura 9 - Esquema de célula eletrolítica (1) Fonte de tensão; (2) eletrólito; (3) contraeletrodo (cátodo); (4) eletrodo de trabalho (ânodo).



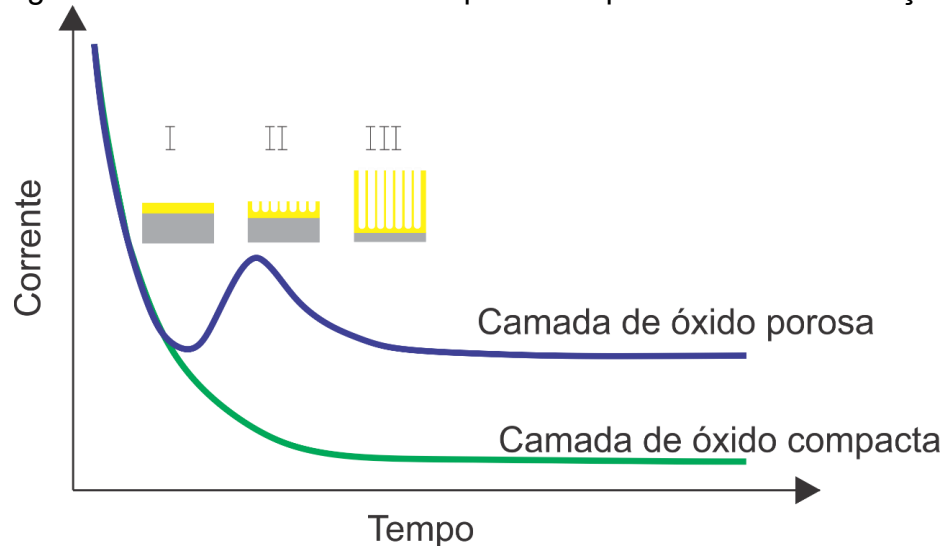
Fonte: Elaborado pelo autor

São utilizados íons de fluoreto na composição do eletrólito por serem capazes de dissolver a camada de óxido de titânio (TiO_2) que se forma espontaneamente na superfície do material. É necessário dissolver essa camada para que os íons Ti^{4+} possam migrar com a aplicação da tensão, o que não seria possível acontecer com a camada de óxido ainda na superfície, visto que ela se comporta como uma barreira para a migração de íons (Carobolante et al., 2020). A figura 11 é um esquema ilustrando de forma simplificada as reações que ocorrem no ânodo e no cátodo da célula eletrolítica e a formação dos nanotubos.

Estudos mostram que há uma relação entre a curva corrente x tempo e os diferentes estágios de crescimento dos nanotubos. Essa relação pode ser observada realizando uma anodização potenciostática. A formação de nanotubos de TiO_2

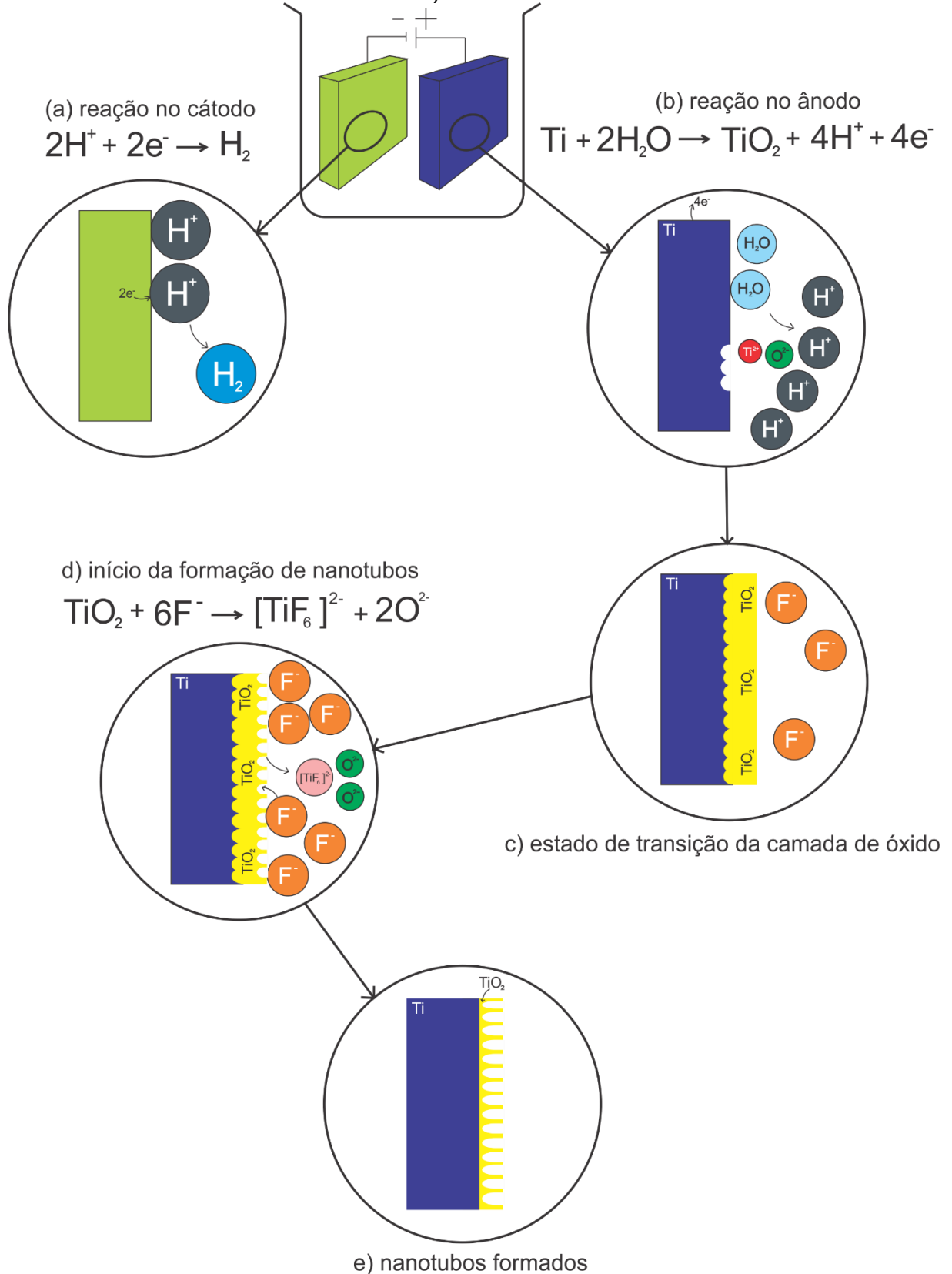
normalmente ocorre em três estágios. No estágio I, uma camada de óxido de barreira é formada imediatamente antes da iniciação dos poros, resultando em uma queda acentuada na corrente. No estágio II, os íons de flúor presentes no eletrólito promovem a nucleação dos poros na camada de óxido, levando a um aumento na corrente de anodização à medida que a resistência do filme anódico diminui. No estágio III, os nanotubos começam a crescer a partir dos poros formados, e a corrente entra em um período de declínio gradual à medida que o filme de óxido nanotubular se espessa. A figura 10 ilustra como se comporta a curva de corrente x tempo do processo de anodização (Ribeiro et al., 2021; Seçkin; Urgan, 2021; Lee et al., 2014; Ricci et al., 2021).

Figura 10 - Curva corrente x tempo de um processo de anodização



Fonte: Adaptado de Lee et al. (2014)

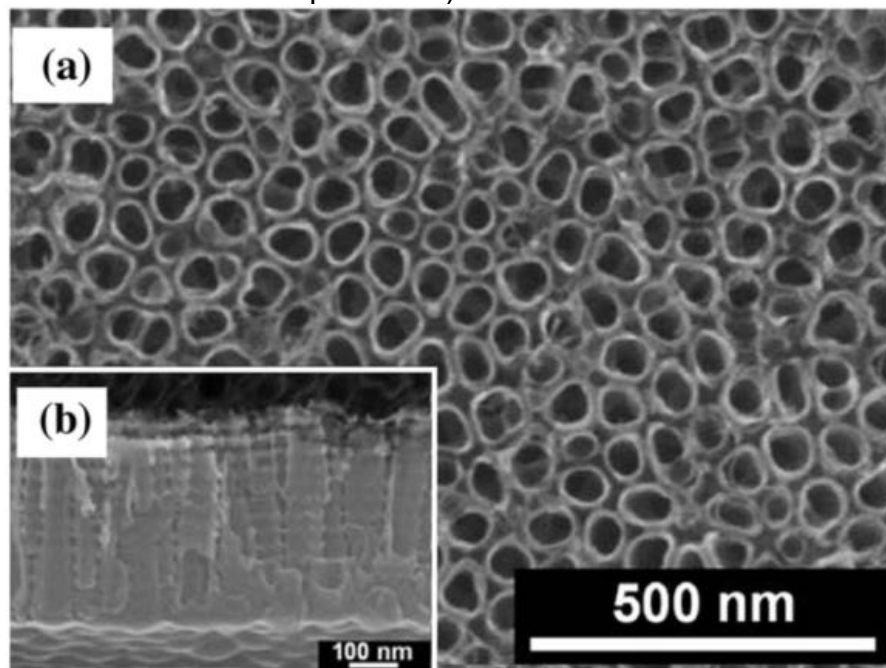
Figura 11 - Reações da célula eletrolítica e crescimento dos nanotubos: a) reação catódica, b) reação anódica, c) estado de transição, d) início da formação de nanotubos e e) nanotubos formados



Fonte: Adaptado de Minagar et al. (2012)

Os parâmetros utilizados no processo de anodização, como o potencial aplicado, o tipo de eletrólito e o tempo de anodização, irão definir o tipo de estrutura formada e suas propriedades. É possível obter desde estruturas nanoporosas até estruturas nanotubulares altamente organizadas; um exemplo é mostrado na figura 12 (Lulkarni et al., 2015; Minagar et al., 2012; Zhu et al., 2021).

Figura 12 - Morfologia de nanotubos obtidos para Ti CP após anodização a) vista superior e b) vista lateral



Fonte: Minagar et al. (2012)

A anodização eletroquímica para a produção de nanotubos de TiO_2 atraiu um interesse especial nas últimas décadas devido às suas características únicas e ao fato de ser um método de baixo custo, que permite o controle direto da forma e do tamanho dos nanotubos com boa reprodutibilidade. Os nanotubos de TiO_2 preparados por oxidação anódica na superfície dos implantes têm uma estrutura composta de micro/nano, semelhante ao osso natural. Essa estrutura tem um efeito significativo na adsorção de proteínas e na proliferação e diferenciação de osteoblastos devido à maior área de superfície, maior comportamento hidrofílico e maior energia de superfície. Os nanotubos são preparados em superfícies de titânio lisas na maioria dos estudos atuais, mas ainda existem desafios na preparação desses nanotubos em

superfícies com roscas ou morfologias irregulares (Ribeiro et al., 2021; Tang et al., 2024; Wang et al., 2021).

2.3.1.1 Parâmetros da oxidação anódica

Após o trabalho de Zwillig em 1999, foi estabelecido que a presença dos íons de F^- no eletrólito é um fator-chave para o crescimento vertical dos nanotubos a partir da superfície do substrato. Foi estudada a influência dos parâmetros eletroquímicos, como tensão aplicada, rampa de aplicação de tensão, tempo, temperatura, agitação, oxidação anódica em dois estágios e o uso de diferentes composições de eletrólitos, que podem ser separados em duas categorias: eletrólitos à base de água (aquosos) e eletrólitos orgânicos. Essas pesquisas ajudaram a criar modelos de como ocorre o crescimento dos nanotubos e a melhor definição de qual é o papel dos íons de flúor (F^-). Íons de F^- e água são ingredientes-chave para a produção dos nanotubos. Os íons F^- formam complexos de flúor solúveis em água (TiF_6^-) tanto pela complexação dos íons Ti^{4+} quanto pelo ataque químico ao TiO_2 formado (Ribeiro et al., 2021).

A anodização do titânio pode ser dividida em três gerações, de acordo com as fontes de flúor e os solventes utilizados nos eletrólitos. Os nanotubos de titânia da primeira geração, formados em eletrólitos aquosos ácidos contendo HF, apresentam uma espessura limitada a 500 nm devido à natureza agressiva do eletrólito. Já os nanotubos da segunda geração, produzidos em soluções aquosas tamponadas (neutras) de sais de flúor, podem alcançar espessuras de até alguns micrômetros. Por outro lado, os nanotubos da terceira geração, crescidos em soluções orgânicas neutras, podem atingir espessuras na faixa de centenas de micrômetros, uma vez que a alta viscosidade desses eletrólitos orgânicos reduz a migração iônica, diminuindo a acidificação local e a dissolução causada pelos íons de flúor. Atualmente, a maioria dos estudos se concentra na anodização em eletrólitos orgânicos, e com ajustes finos das condições de processo, é possível obter nanotubos de titânia com tamanhos, formas e morfologias variadas (Seçkin; Urgan, 2021; Kulkarni et al., 2015; Fu; Mo, 2018).

A primeira geração de nanotubos de TiO_2 , baseada no trabalho inicial de Zwillig, foi cultivada em eletrólitos de HF (ácido fluorídrico) aquosos, onde a dissolução química tanto do substrato de Ti quanto do TiO_2 foi bastante significativa. Posteriormente, várias tentativas foram feitas para ajustar a composição e reduzir o

efeito de dissolução, utilizando diferentes fontes de íons F^- e reagentes de suporte. Com isso, uma segunda geração de nanotubos foi alcançada, otimizando o teor de íons F^- , variando o pH do eletrólito e utilizando diferentes cátions. Foi demonstrado que nanotubos mais longos e auto-organizados podem ser obtidos reduzindo a acidez do eletrólito, usando, por exemplo, sais de fluoreto em vez de HF, e que alguns cátions, como NH_4^+ , podem influenciar positivamente o mecanismo de crescimento (Ribeiro et al., 2021; Kulkarni et al., 2015).

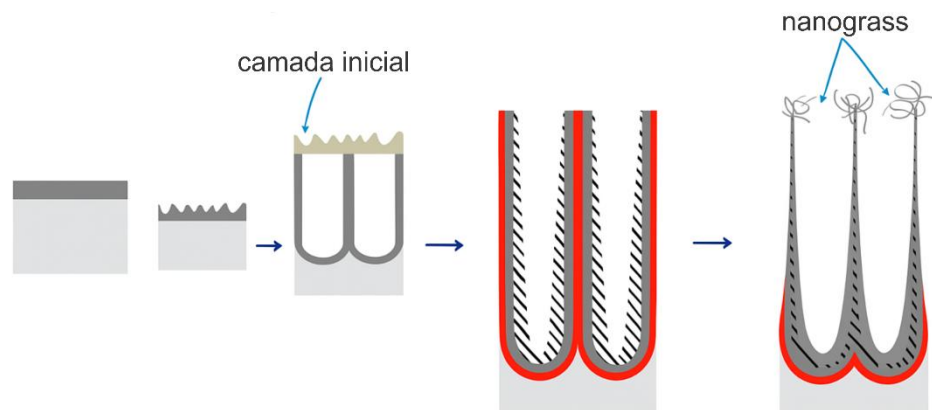
Eletrólitos orgânicos contendo pequenas quantidades de íons fluoreto e água atraíram um interesse significativo devido à sua capacidade de produzir arranjos de nanotubos mais longos e altamente ordenados (terceira geração de nanotubos), influenciando a cinética do processo, devido à menor mobilidade iônica. Diferentes meios orgânicos foram investigados, como glicerol, formamida, etileno glicol, dimetilsulfóxido (DMSO) e N-metilformamida. O teor de água é um fator crucial em eletrólitos orgânicos, pois afeta significativamente tanto a taxa de crescimento, sendo praticamente o único fornecedor de íons de oxigênio para a formação do óxido, quanto a taxa de dissolução, atuando como solvente para fluoretos metálicos solúveis em água. Normalmente, quanto maior o teor de água, maior tende a ser o diâmetro do nanotubo formado. Além disso, em meios orgânicos, a agressividade dos íons F^- é mitigada, influenciando diretamente a taxa de dissolução. Eletrólitos contendo NH_4F em grandes concentrações tendem a produzir nanotubos de menores diâmetros e maiores comprimentos (Ribeiro et al., 2021; Kulkarni et al., 2015; Khudhair et al., 2016).

O tempo de anodização também é um parâmetro importante para a formação de nanoestruturas. Com o aumento do tempo de anodização, consegue-se aumentar a uniformidade da camada nanoestruturada. No entanto, é importante ter cuidado, pois tempos muito longos usando eletrólitos orgânicos podem gerar uma estrutura conhecida como “nanograss” na superfície dos nanotubos (Kulkarni et al., 2015). Devido à dissolução limitada de eletrólitos orgânicos, uma “camada porosa compacta” pode permanecer no topo dos nanotubos por tempos mais longos de anodização. Esta “camada porosa compacta” é o que resta da camada de óxido compacto inicial, formada nos estágios iniciais da anodização, e, durante o estágio de crescimento, impede a rápida dissolução dos nanotubos que estão crescendo sob ela. Quando essa camada é completamente dissolvida, após tempos mais longos de anodização, a ação dos íons F^- pode causar um afinamento acentuado das paredes superiores dos

nanotubos, levando ao colapso da estrutura nanotubular e à formação de uma morfologia conhecida como “nanograss”, que tem um efeito prejudicial nas propriedades dos nanotubos (Ribeiro et al., 2021; Fraoucene et al., 2019; Zakir et al., 2023).

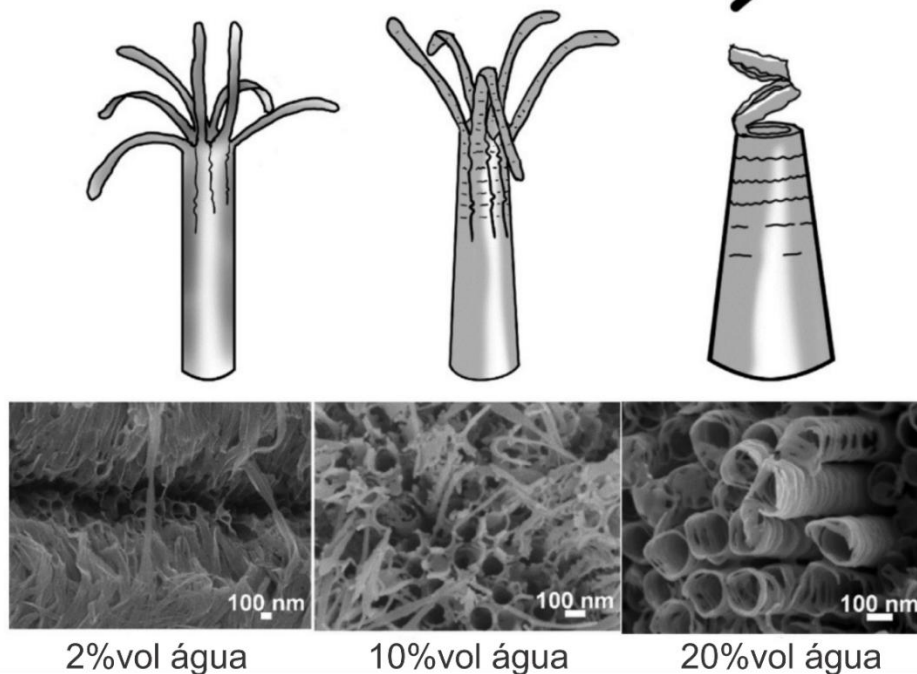
A figura 13 mostra um esquema ilustrando a formação da estrutura nanograss e a figura 14 é uma imagem de MEV publicada por Naduvath et al. deste tipo de estrutura, mostrando como sua morfologia também pode variar com o teor de água do eletrólito.

Figura 13 - Formação de nanograss durante anodização



Fonte: Adaptado de Lee et al. (2014)

Figura 14 - Morfologias da estrutura nanograss
aumento do teor de água →

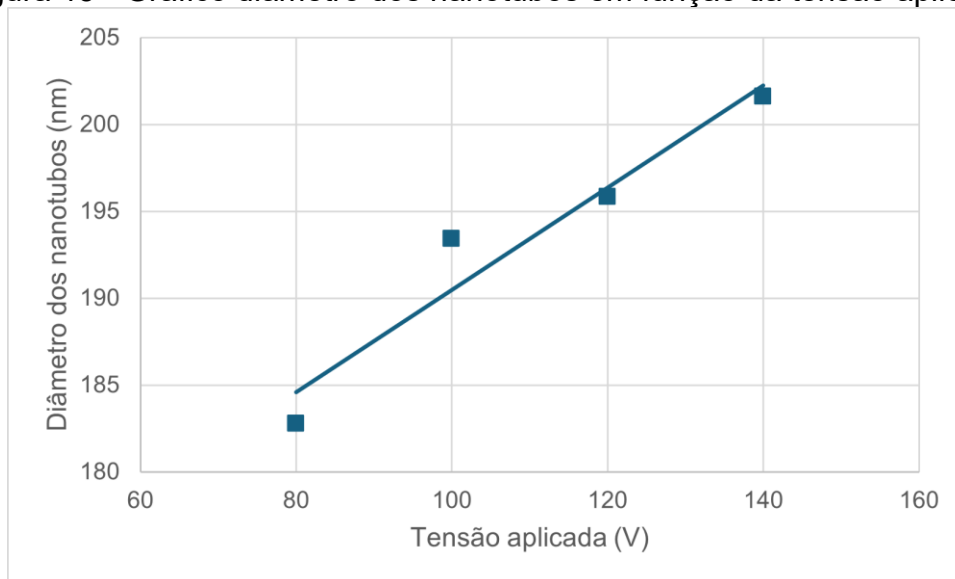


Fonte: Adaptado de Naduvath et al. (2015)

Para eletrólitos orgânicos, a maioria dos estudos sobre os mecanismos de crescimento dos nanotubos se refere ao Ti puro e, portanto, há poucas informações disponíveis sobre o crescimento de nanotubos em sistemas mais complexos, como ligas binárias, ternárias ou ligas de Ti com mais de três compostos. A microestrutura e a composição química das ligas de Ti afetam significativamente o crescimento dos nanotubos, já que as diferentes fases podem apresentar taxas distintas de corrosão e anodização (Ribeiro et al., 2021).

A tensão aplicada durante o processo de anodização é fundamental para a definição da topografia da nanoestrutura. Esse parâmetro também influencia o diâmetro do nanotubo formado, sendo que quanto maior a tensão aplicada, maior tende a ser o diâmetro do nanotubo. O aumento da tensão leva ao aumento de movimentação dos íons; isso melhora a transmissão de íons para a camada de óxido, o que aumenta a taxa de oxidação do metal (Kulkarni et al., 2015; Khudhair et al., 2016; Zakir et al., 2023). A figura 15 apresenta um estudo de anodização da liga TiW e como o aumento da tensão aplicada afetou o diâmetro da nanoestrutura formada (Nah et al., 2013).

Figura 15 - Gráfico diâmetro dos nanotubos em função da tensão aplicada



Fonte: Adaptado de Nah et al. (2013)

Durante o processo de anodização, a espessura do substrato também pode influenciar a nanoestrutura formada. Finas folhas de titânio conseguem manter um equilíbrio entre oxidação anódica e dissolução, o que promove a formação de nanotubos. Em substratos mais espessos, somente a dissolução química irá ocorrer, resultando na formação de nanopartículas ao invés de nanotubos (Kulkarni et al., 2015; Hyam; Choi, 2013).

2.3.2 Tratamentos após anodização: calcinação

Como foi visto, a anodização eletroquímica é um dos métodos utilizados para desenvolver uma camada compacta de óxido de forma simples e eficaz. Eletrólitos ácidos produzem camadas com estruturas nanoporosas que ajudam a promover a osseointegração. Já eletrólitos aquosos e orgânicos podem formar estruturas nanotubulares bem organizadas, mas que podem se descolar da superfície por possuírem pobre mecânica e adesão. Desse modo, é de boa conduta realizar um tratamento térmico após a anodização. Esse tratamento irá melhorar a resistência à corrosão, as propriedades mecânicas e a biocompatibilidade. O tratamento térmico também irá ocasionar a transformação da estrutura, inicialmente amorfa, em fases cristalinas (anatase e/ou rutilo) (Djendel et al., 2023).

O uso do tratamento térmico de calcinação para formação de estruturas cristalinas do óxido de titânio é bem conhecido. A calcinação irá promover a formação das fases cristalinas conhecidas como anatase e rutilo na camada de óxido anodizada, previamente amorfa. Além de também reduzir possíveis contaminações causadas pelo eletrólito. Durante a calcinação, íons de flúor são expulsos da camada anodizada, chegando a concentrações negligíveis quando calcinada a mais de 400 °C. Durante o processo de calcinação normalmente são perdidos água, flúor e compostos de carbono como o CO₂. Água normalmente é evaporada totalmente à temperatura de 200 °C, enquanto carbonos residuais diminuem consideravelmente a temperaturas de 600 °C (Kulkarni et al., 2015; Lee et al., 2014).

Na calcinação pode-se variar o tempo, a temperatura e a taxa de aquecimento. A conversão da estrutura amorfa para a estrutura cristalina anatase começa em cerca de 280 °C. Com o aumento da temperatura, a estrutura cristalina de rutilo começa a aparecer em cerca de 500 °C. Quanto maior for a temperatura de calcinação, maior tende a ser a formação de rutilo, o que leva a um aumento da espessura da parede do nanotubo e diminuição do seu diâmetro, surgimento de trincas na camada anodizada e diminuição do ângulo de contato (Kulkarni et al., 2015; Lee et al., 2014).

Quando se calcinam nanotubos que estão desafixados do substrato, obtém-se a fase anatase até temperaturas de cerca de 700 °C. Temperaturas muito elevadas, por volta de 700-800°C, acabam sintetizando e causando o colapso dos nanotubos. Um processo de calcinação apropriado leva a picos característicos da fase anatase em uma análise de DRX, com poucas quantidades de rutilo. Uma das características mais notáveis dos nanotubos de uma única camada após calcinação é a grande melhora em sua condutividade elétrica, de 10 a 100 vezes (Lee et al., 2014).

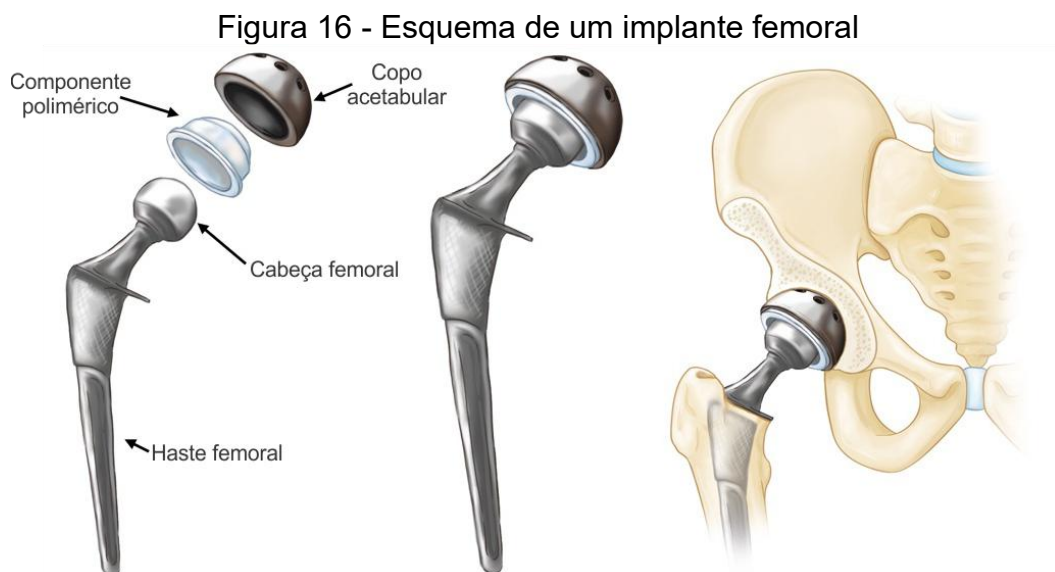
As estruturas cristalinas do TiO₂ são muito importantes para a propriedade do material como fotocatalisador. A anatase e o rutilo, que possuem estruturas tetragonais, são comumente utilizados em reações fotocatalisadoras. Como, por exemplo, na produção de hidrogênio a partir da quebra da molécula de água (Yan et al., 2013).

2.4 APLICAÇÕES BIOMÉDICAS

As aplicações biomédicas do titânio e suas ligas abrangem diferentes tipos de tratamentos, incluindo implantes ortopédicos, dentários, cardiovasculares e de tecidos moles (Marin; Lanzutti, 2023).

Em ortopedia, o titânio é a escolha mais comum para componentes que sofrem solicitações mecânicas pesadas e cíclicas, em particular para hastes e copos em articulações como ombro, quadril, joelho, pulso e tornozelo, para os quais os materiais poliméricos não atingiriam a resistência necessária. No entanto, o titânio nunca é utilizado como um “componente articulado”, ou seja, quando aplicado como implante em juntas, o titânio não é utilizado para as superfícies que entram diretamente em contato umas com as outras durante o movimento. O motivo para tal limitação está embasado nas propriedades do material. Enquanto o titânio apresenta ótima biocompatibilidade, resistência mecânica e resistência à corrosão, sua performance em termos de resistência ao desgaste e à tribocorrosão é limitada. Sua superfície está propensa ao desgaste e à degradação quando exposta aos movimentos repetitivos e às forças abrasivas, que estão presentes nos componentes articulados (Marin; Lanzutti, 2023).

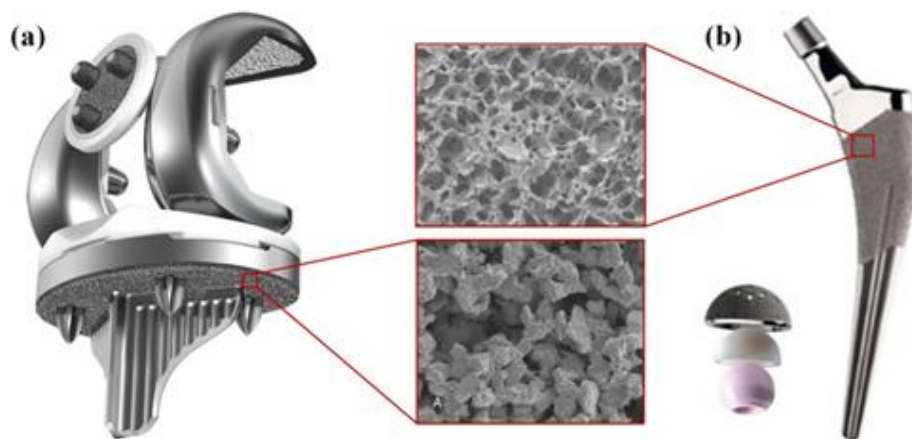
Por ser um material ideal para produção de “componentes de suporte de carga”, o titânio é muito utilizado para fabricação da haste femoral e do copo acetabular de implantes de quadril (figura 16). Esses são componentes que promovem estabilidade e suporte, transferindo cargas mecânicas do implante para os ossos ao redor (Marin; Lanzutti, 2023; Tang et al., 2024).



Fonte: Adaptado de American Academy of Orthopaedic Surgeons (2025)

Estruturas porosas irregulares são frequentemente usinadas na superfície femoral de implantes de quadril e na superfície da almofada tibial de implantes de joelho (figura 17). Esse tipo de estrutura pode aumentar a área de contato do implante com o tecido humano, melhorando a força de ligação dos implantes e fornecendo um local para a troca de informações entre as células. Além disso, estruturas como microcavidades e microranhuradas, fabricadas na superfície da cabeça femoral de implantes de quadril, podem armazenar lubrificantes e coletar resíduos de desgaste, reduzindo significativamente o coeficiente de atrito da cabeça femoral, bem como o desgaste entre a cabeça femoral e o revestimento acetabular (Tang et al., 2024).

Figura 17 - Superfície de implantes para articulações: (a) implante de joelho e (b) implante de quadril



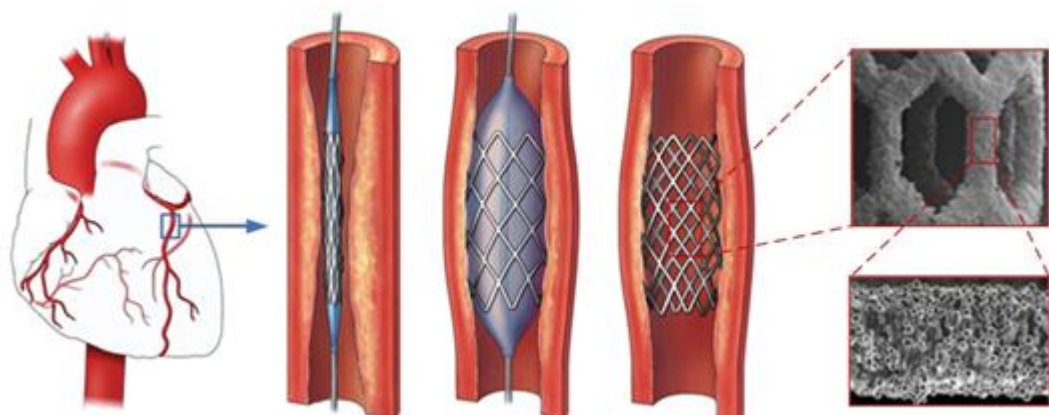
Fonte: Tang et al. (2024)

O titânio também é frequentemente utilizado em aplicações para coluna, como componente para fixação, gaiolas de fusão espinhal e, nos últimos anos, substituições de discos espinhais. Implantes de costelas para crianças feitos de titânio permitem que o implante se expanda à medida que o corpo da criança cresce, permitindo que a criança se desenvolva com o implante sem precisar de cirurgias de substituição. Também se pode encontrar titânio em implantes de dedos, parafusos para tibia, dispositivos de fixação e reconstrução que suportam ossos quebrados, como placas ósseas, malhas, pinos, parafusos e hastes (Sarraf et al., 2021).

Implantes de titânio também podem ser encontrados na área cardiovascular, em aplicações como *stents* vasculares, válvulas cardíacas e estruturas que abrigam marcapassos e desfibriladores implantáveis. Com o avançar da idade e o consumo

excessivo de alimentos ricos em gordura e colesterol, as pessoas tornam-se mais propensas à aterosclerose e ao acúmulo de gordura arterial, o que pode levar ao bloqueio das artérias, à insuficiência no fornecimento de sangue ao coração e ao risco de vida. O *stent* vascular é um pequeno tubo de malha metálica usado principalmente para tratar artérias obstruídas (figura 18), podendo ser inserido permanentemente nas artérias. No entanto, a superfície do *stent* pode não se fundir adequadamente com a parede vascular durante a implantação, aumentando o risco de trombose e reestenose (estreitamento) dos vasos sanguíneos. Pesquisadores fabricaram estruturas como microporos e microcavidades na superfície dos stents vasculares para aumentar a área de contato entre o *stent* e as células da parede vascular. Essa estrutura oferece um local para a adesão das células à parede vascular e o transporte de medicamentos anticoagulantes, melhorando significativamente as propriedades antiagregantes, antiproliferativas, anti-inflamatórias e a biocompatibilidade dos *stents* vasculares (Tang et al., 2024; Marin; Lanzutti, 2023).

Figura 18 - Modificação de superfície para aplicações cardiovasculares



Fonte: Tang et al. (2024)

Ligas de titânio também são amplamente utilizadas em aplicações dentárias, como raízes artificiais (figura 19), que são implantadas na mandíbula onde, com o tempo, se integram com o tecido ósseo circundante melhorando progressivamente a estabilidade do implante. Também podemos encontrar o titânio na fabricação de aparelhos dentários, fios, entre outros equipamentos ortodônticos. A resistência à corrosão é uma propriedade imprescindível para aplicações dentárias, visto que o ambiente oral é dinâmico e desafiador, tendo várias mudanças de pH, dependendo

do consumo de diferentes comidas e bebidas. (Tang et al., 2024; Marin; Lanzutti, 2023).

Figura 19 - Aplicação do titânio como implante dentário



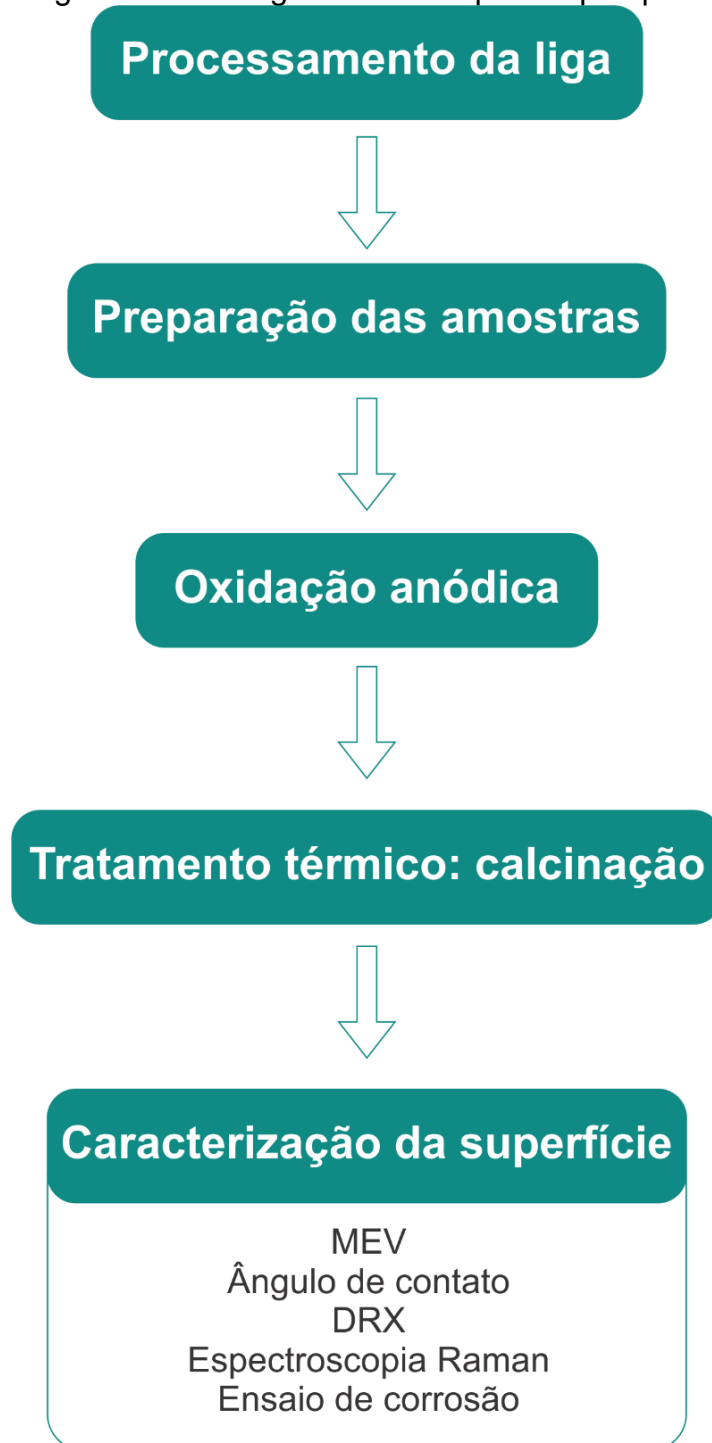
Fonte: Adaptado de Sarraf et al. (2021)

O titânio não é comumente utilizado como implante de tecidos moles (como pele, gordura e músculo), visto que para esses tipos de aplicações são buscados materiais com propriedades compatíveis com os tecidos biológicos e sua flexibilidade, como, por exemplo, colágeno, seda e vários tipos de polímeros. No entanto, em alguns casos o titânio pode ser usado em combinação com outros materiais para oferecer suporte estrutural para esses tipos de implante. Por exemplo, malhas de titânio podem ser usadas para promover suporte para tecidos moles durante o processo de cicatrização (Marin; Lanzutti, 2023).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma a seguir (figura 20) ilustra as principais etapas realizadas neste trabalho.

Figura 20 - Fluxograma das etapas da pesquisa



Fonte: Elaborado pelo autor

3.1 PROCESSAMENTO DA LIGA

A liga utilizada neste estudo foi produzida pelo grupo de pesquisa “Bio 4 Green - Sustainable Biomaterials”, coordenado pela professora Ana Paula Rosifini Alves. A fusão dos elementos foi feita em um forno a arco voltaico, sob atmosfera de argônio. Porções de 25 g foram fundidas ao menos 10 vezes para garantir a homogeneidade da liga e foram unidas formando um lingote de 75 g.

O lingote passou por um tratamento de homogeneização, realizado em um forno tubular a 1.000 °C, por 24 h, com resfriamento natural dentro do forno. E logo após, passou por um primeiro tratamento de solubilização, a 950 °C por 1 h, seguido de resfriamento em água, para garantir a estabilização da fase β .

Para obter lingotes com 10 mm de diâmetro, foi feito o forjamento rotativo a frio, que foi seguido de um segundo tratamento de solubilização, para minimizar os efeitos causados pelo forjamento e conseguir de volta as características da estrutura após a primeira solubilização.

3.2 PROCESSO DE OXIDAÇÃO ANÓDICA

Os lingotes de 10 mm de diâmetro foram cortados em discos com 3 mm de espessura. E em seguida foi feita a preparação das amostras, tomando-se como referência a metodologia empregada por Carobolante et al., 2020.

Para a preparação da superfície das amostras, elas foram lixadas em uma bancada de lixamento sob fluxo de água utilizando lixas de granulometria 100, 220, 400, 600 e 1.200. Em sequência, as amostras foram limpas em banho ultrassônico durante 20 min, imersas em água e sabão neutro, depois, por 20 min, imersas em água deionizada e, por fim, imersas por 5 min em álcool etílico. Em seguida, elas foram secas naturalmente.

Inicialmente, para a determinação dos parâmetros de anodização, foi utilizado o estudo feito por Carobolante et al. (2020), no qual é analisada a modificação de superfície da liga ternária Ti10Mo8Nb (Quadro 2). Para futura comparação de resultados, os parâmetros foram mantidos constantes para todas as amostras.

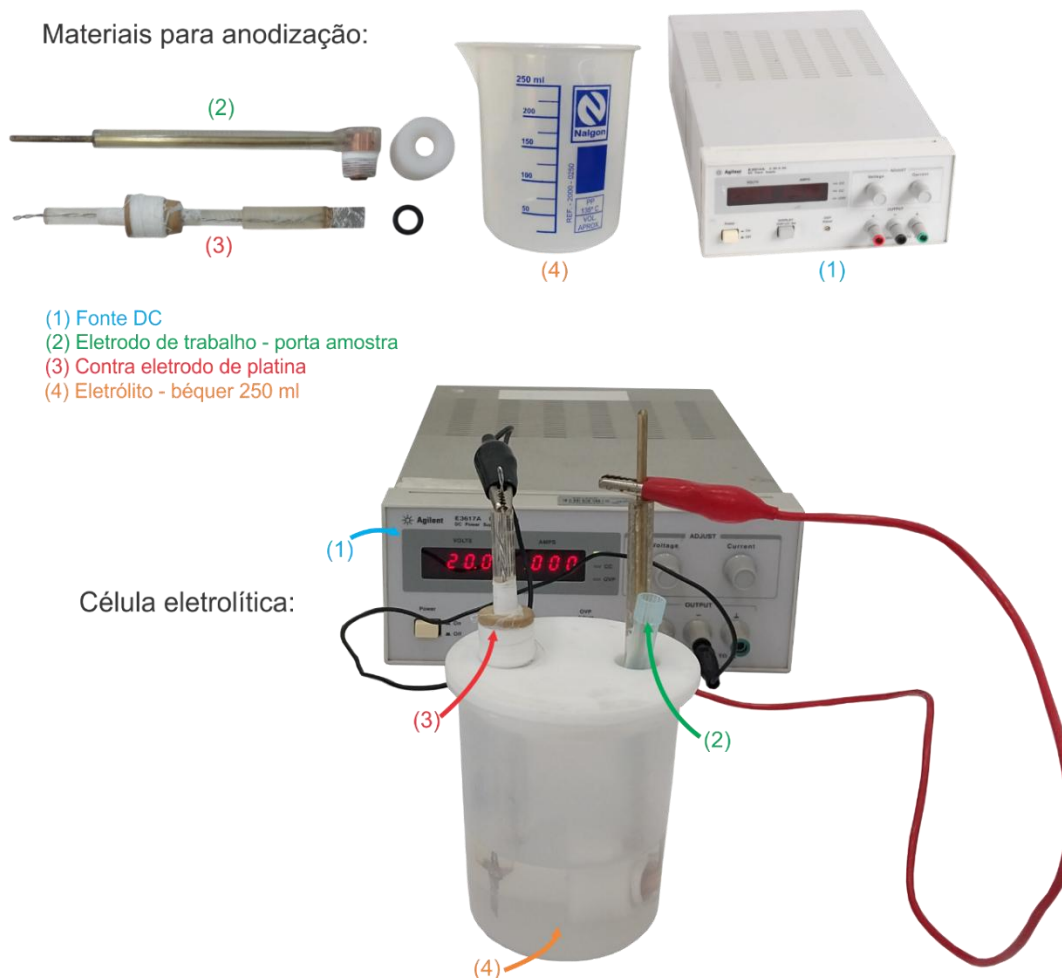
Quadro 2 - Parâmetros de anodização (para 100 ml de solução)

Eletrólito	Potencial aplicado (V)	Tempo de anodização (h)
50 ml Glicerol + 50 ml H ₂ O + 0,27 g NH ₄ F	20	3

Fonte: Elaborado pelo autor

Para a aplicação do potencial de 20 V, foi utilizada a taxa de 0,5 V/s. A célula eletrolítica utilizada foi composta por um eletrodo de trabalho (ânodo), um contraeletrodo de platina, uma fonte de tensão e um recipiente com o eletrólito (Figura 21).

Figura 21 - Materiais para anodização e célula eletrolítica



Fonte: Elaborado pelo autor

Após anodização, as amostras foram calcinadas em um forno tipo mufla (figura 22), em temperaturas de 400 °C, 450 °C, 500 °C, 550 °C, 600 °C e 650 °C, com taxa de aquecimento de 5 °C/s, por um tempo de 60 minutos. O esfriamento ocorreu lentamente dentro do forno. Todos os parâmetros utilizados na calcinação também foram baseados no método utilizado por Carobolante et al., 2020, a fim de comparação de resultados com os da liga ternária estudada pelo autor.

Figura 22 - Forno tipo mufla utilizado na calcinação



Fonte: Elaborado pelo autor

3.3 CARACTERIZAÇÃO DA SUPERFÍCIE

3.3.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para avaliação da morfologia da camada anodizada foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura (MEV). O microscópio utilizado foi o Phillips XL-30 FEG do Laboratório de Caracterização Estrutural do DeMA da UFSCar (figura 23). Foram analisadas amostras da liga Ti10Mo8Nb6Zr após oxidação anódica e após calcinação em diferentes temperaturas.

Figura 23 - Microscópio eletrônico de varredura Phillips XL-30 FEG



Fonte: DeMA UFSCar (2025)

3.3.2 Ângulo de contato

Para determinar se a superfície analisada é hidrofílica ou hidrofóbica, foi realizada a medição do ângulo de contato. Foi utilizado um equipamento da marca Krüss, modelo DSA 100S do Departamento de Materiais e Tecnologia da UNESP-FEG (figura 24). O método empregado foi o da gota sésil. Foram analisadas as superfícies da liga $\text{Ti}_{10}\text{Mo}_8\text{Nb}_6\text{Zr}$ após lixamento, anodização sem calcinação e anodização seguida de calcinação a 400 °C, 450 °C, 500 °C, 550 °C, 600 °C e 650 °C.

Figura 24 - Goniômetro utilizado para medição do ângulo de contato



Fonte: Elaborado pelo autor

3.3.3 Espectroscopia Raman

As medidas de espectroscopia Raman foram realizadas no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE, em São José dos Campos – SP, sob temperatura ambiente, em um espectrômetro da marca Horiba Scientific T64000 (figura 25), utilizando como fonte de excitação um laser de argônio com comprimento de onda de 514 nm. Foram analisadas amostras da liga Ti10Mo8Nb6Zr antes e após oxidação anódica e após calcinação em diferentes temperaturas.

Figura 25 - Espectrômetro utilizado para espectroscopia Raman

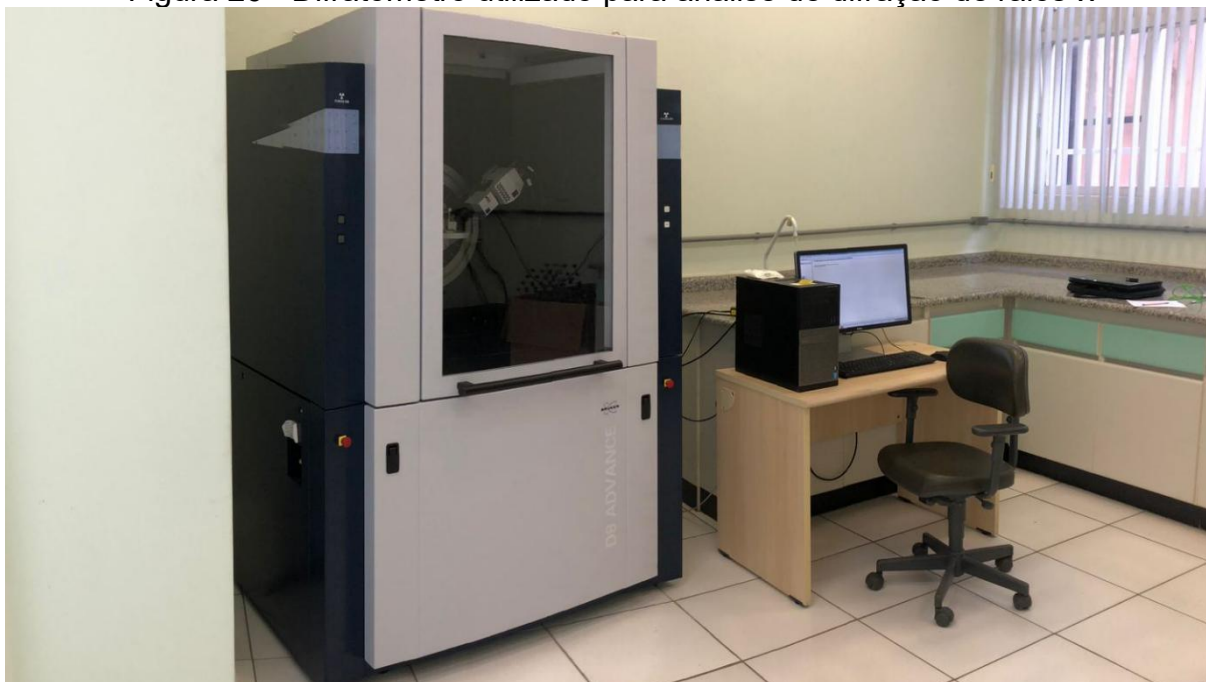


Fonte: Elaborado pelo autor

3.3.4 Difratometria de raios-x (DRX)

A análise da estrutura presente na liga foi realizada por meio da difração de raios X. O equipamento utilizado foi um difratômetro do modelo Bruker D8 Advance (figura 26), utilizando radiação CuK alpha, corrente de 25 mA, tensão de 40 kV, tempo de contagem de 0,35 s, passo de $0,03^\circ$ e intervalo de 2θ de medição de 10° a 120° .

Figura 26 - Difratorômetro utilizado para análise de difração de raios-x

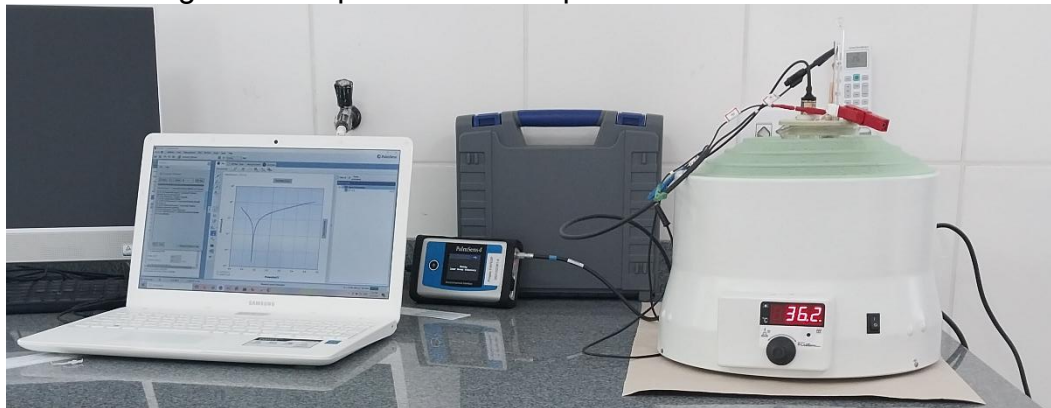


Fonte: LADIF - Laboratório de Difractometria de Raios X (2025)

3.3.5 Ensaio de corrosão

Os ensaios de corrosão foram utilizados para avaliar a eficácia da camada anodizada na proteção da liga de titânio contra a corrosão. Os testes foram realizados no departamento de química da Universidade de São Paulo - Escola de Engenharia de Lorena (USP-EEL), utilizando um potenciostato da linha PalmSens4 (figura 27). Foram utilizados a solução de Hanks, com pH de 7,4 , para ilustrar o meio corrosivo, um eletrodo de calomelano ($\text{Hg}|\text{Hg}_2\text{Cl}_2$) de referência e um contraeletrodo de platina. Com auxílio de um banho-maria, foi mantida a temperatura de 37 °C durante o ensaio e a velocidade de varredura utilizada foi de 1 mV/s.

Figura 27 - Aparato utilizado para ensaio de corrosão



Fonte: Elaborado pelo autor

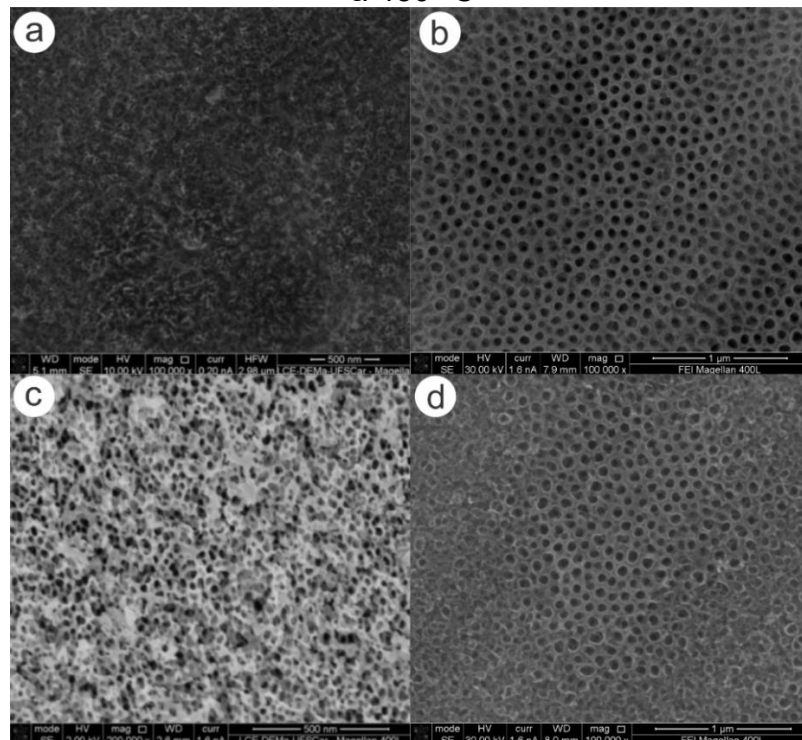
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Na Figura 29 estão apresentadas as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura para análise da morfologia da camada anodizada e após os tratamentos de calcinação em diferentes temperaturas. A partir dessas imagens, podemos observar que houve a formação de uma camada nanoporosa na maioria das condições analisadas, como é o caso da amostra anodizada e das amostras calcinadas a 500 °C, 550 °C, 600 °C e 650 °C. No entanto, para as amostras anodizadas e calcinadas a 400 °C e 450 °C, podemos observar a formação de estruturas nanotubulares na superfície. O crescimento dos nanotubos não foi uniforme por toda a superfície da amostra em ambas as condições, mas se apresentou em pequenas regiões.

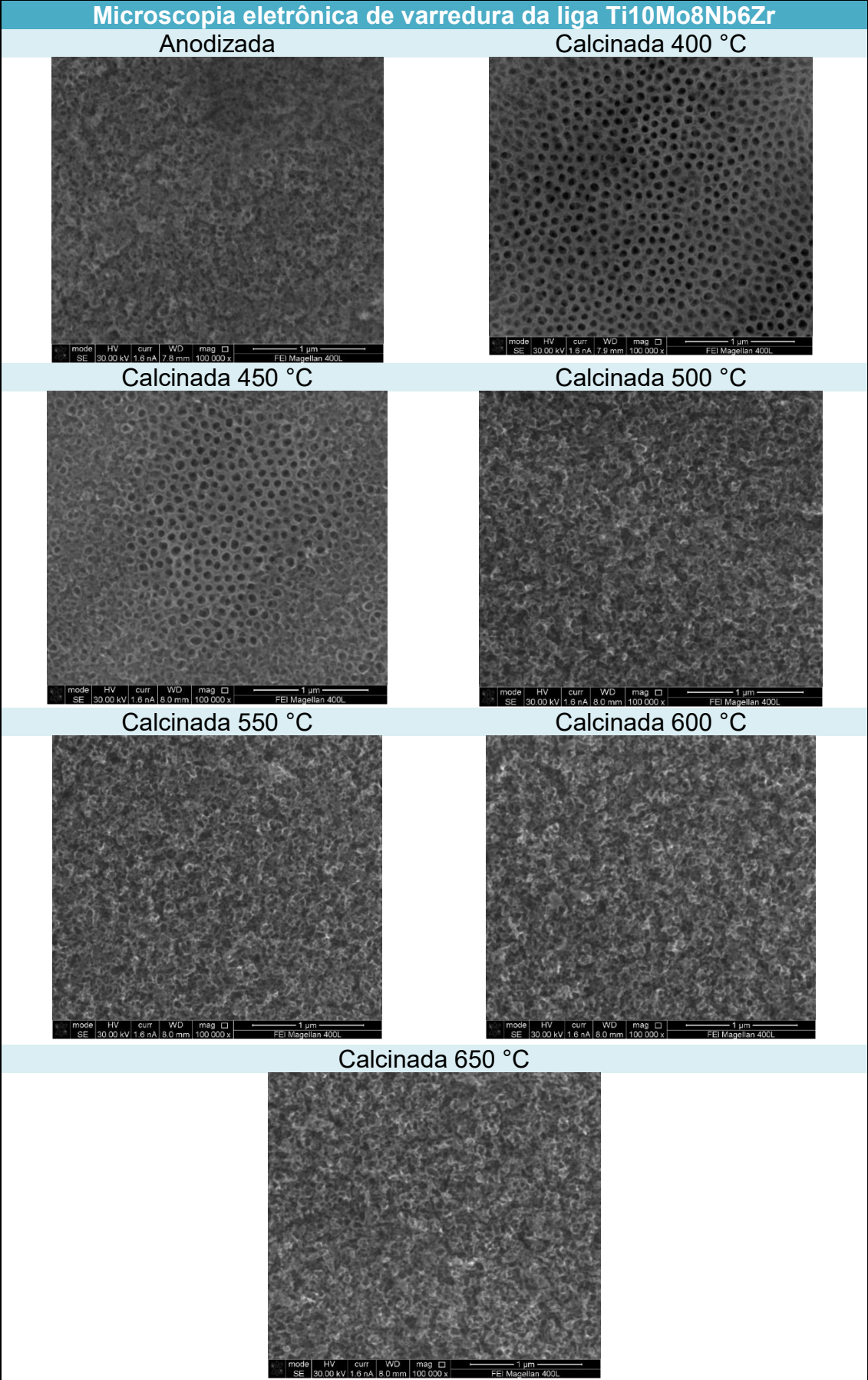
A figura 28 mostra a comparação dos resultados da liga ternária (Ti10Mo8Nb) com os da liga quaternária (Ti10Mo8Nb6Zr) analisados sob as mesmas condições.

Figura 28 - Imagens de MEV a) liga ternária calcinada a 400 °C, b) liga quaternária calcinada a 400 °C, c) liga ternária calcinada a 450 °C e d) liga quaternária calcinada a 450 °C



Fonte: Autor e Carobolante (2017)

Figura 29 - Imagens MEV após tratamentos liga quaternária Ti10Mo8Nb6Zr

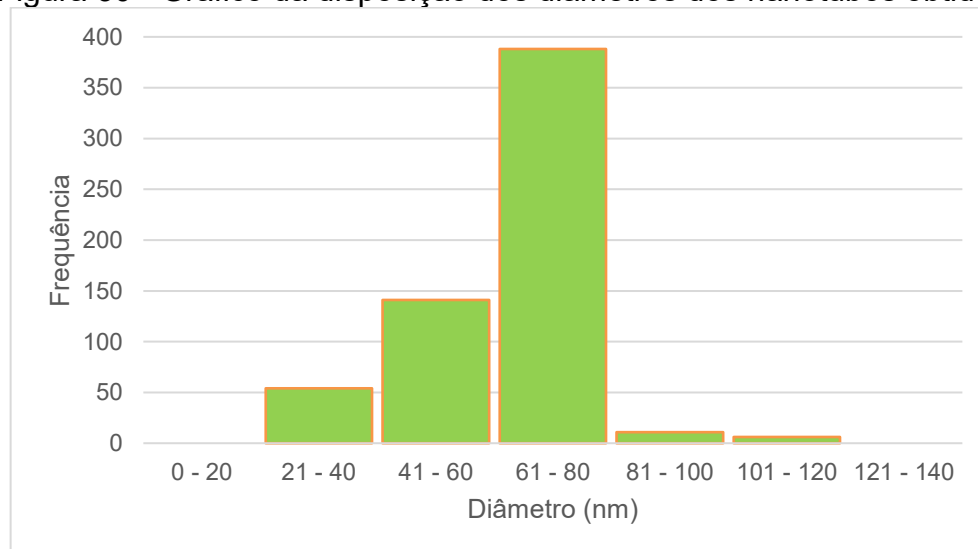


Fonte: Elaborado pelo autor

Como o intuito desse trabalho é analisar a influência do zircônio nas propriedades da superfície da liga, os resultados obtidos foram comparados com os da liga ternária Ti10Mo8Nb. Vemos que o zircônio influenciou positivamente a formação de nanotubos. A liga ternária, sem a presença de zircônio, apresentou crescimento de uma camada porosa para as condições de anodização seguidas de calcinação a 400 °C e 450 °C. Com maiores estudos dos parâmetros de anodização, pode ser possível chegar a melhores resultados, com formação mais uniforme dos nanotubos.

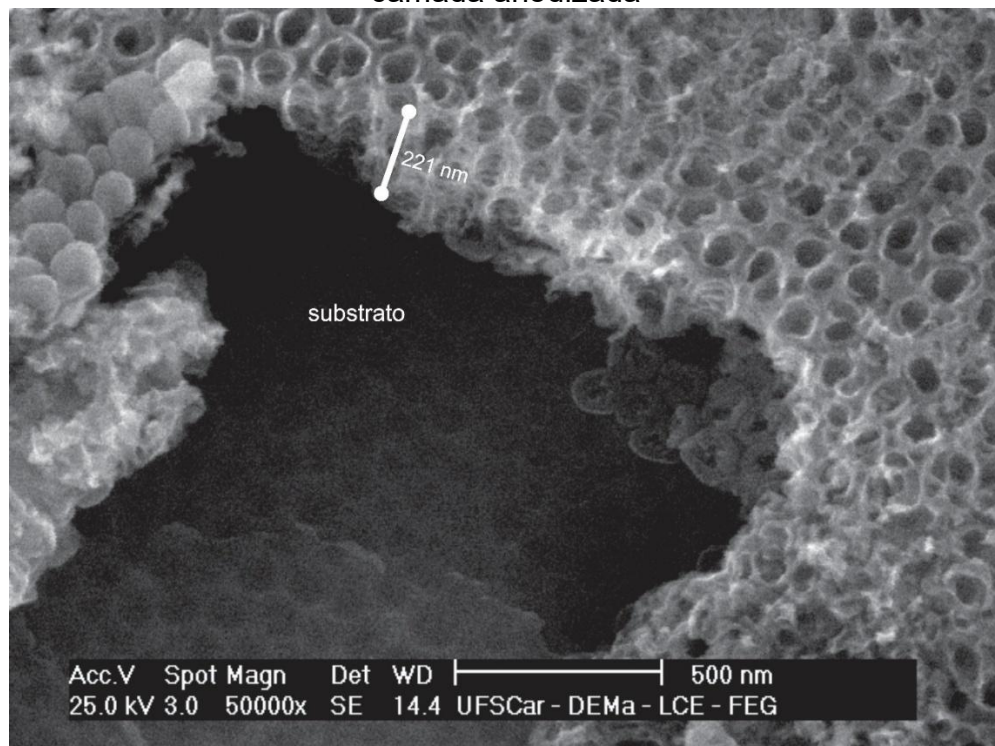
Os nanotubos formados para as amostras anodizadas e calcinadas a 400 °C e 450 °C da liga quaternária apresentaram diâmetro médio de $(61 \pm 12,8)$ nm. A figura 30 apresenta um quadro geral dos diâmetros obtidos dos nanotubos para a liga com zircônio. A espessura da camada anodizada foi de cerca de 221 nm (figura 31), valor bem próximo ao obtido para a liga ternária.

Figura 30 - Gráfico da disposição dos diâmetros dos nanotubos obtidos



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 31 - Imagem MEV da seção transversal para determinação da espessura da camada anodizada



Fonte: Elaborado pelo autor

A liga ternária (Ti10Mo8Nb) apresentou poros com diâmetro médio de 23,6 nm e espessura da camada anodizada de cerca de 200 nm (Carobolante, 2017).

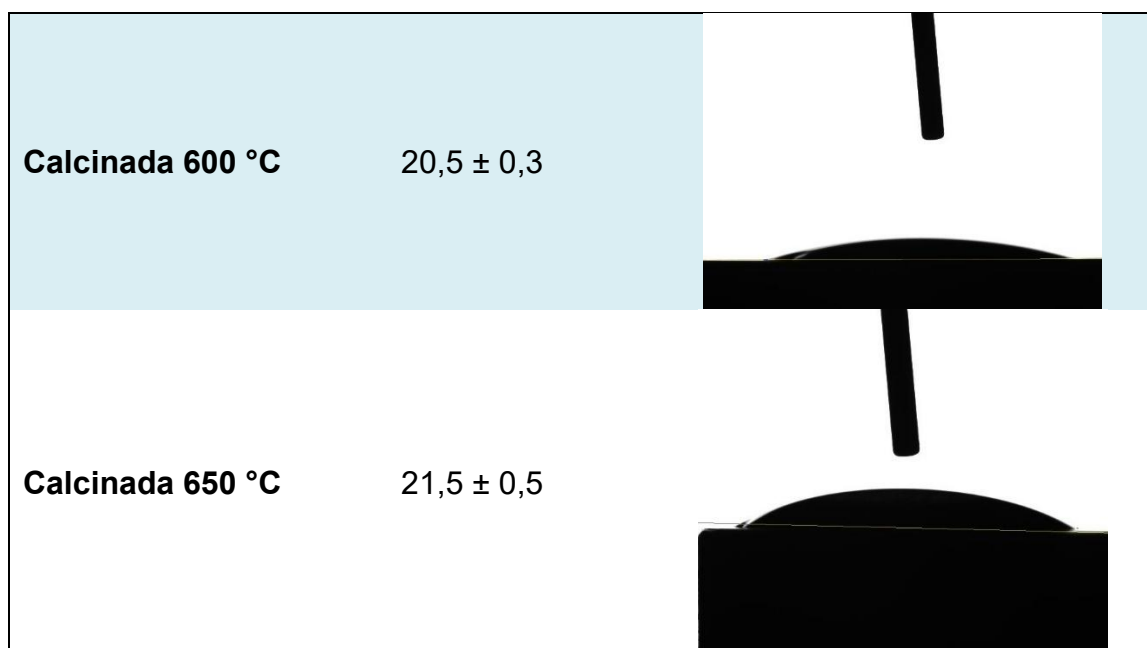
Para fins de aplicação biomédica, os resultados vistos são promissores. Estudos anteriores mostraram menor adesão bacteriana em estruturas com grande área de superfície, como as estruturas porosas e nanotubulares (Carobolante, 2017).

4.2 ÂNGULO DE CONTATO

Na Tabela 1 abaixo encontram-se as medidas feitas para o ângulo de contato do substrato e das amostras anodizadas e calcinadas nas temperaturas de 400 °C, 450 °C, 500 °C, 550 °C, 600 °C e 650 °C.

Tabela 1 - Medidas de ângulo de contato para a liga Ti10Mo8Nb6Zr

Amostra	Ângulo de contato (°)	Imagem
Substrato	$53,8 \pm 0,4$	
Anodizada	$48,8 \pm 5,1$	
Calcinada 400 °C	$12,8 \pm 2,7$	
Calcinada 450 °C	$22,2 \pm 3,2$	
Calcinada 500 °C	$13,5 \pm 3,4$	
Calcinada 550 °C	$15,6 \pm 1,3$	



Fonte: Elaborado pelo autor

Para efeito de comparação, a Tabela 2 a seguir apresenta um resumo das medidas do ângulo de contato da liga ternária, estudada por Carobolante (2017).

Tabela 2 - Medidas de ângulo de contato da liga ternária Ti10Mo8Nb

Amostra	Ângulo de contato (°)
Substrato	72,03 ± 9,31
Anodizada	46,94 ± 5,34
Calcinada (450°C)	12,39 ± 5,22

Fonte: Carobolante, 2017

A partir das Tabelas 1 e 2, vemos que, com relação à superfície sem tratamento, a liga quaternária obteve um menor valor do ângulo de contato, apresentando um valor de 53,8°, enquanto a liga ternária apresentou ângulo de 72,03°. O que indica que a presença do zircônio influenciou a molhabilidade da liga, deixando-a mais hidrofílica. Um resultado promissor para as aplicações esperadas.

No entanto, nos resultados após anodização e calcinação, a liga quaternária apresentou ângulo de contato minimamente maior se comparada com a liga ternária. O melhor resultado para o ângulo de contato da liga quaternária foi para a amostra calcinada a 400 °C, que apresentou um valor de 12,8°. Já para a liga ternária, o menor valor obtido para o ângulo de contato foi de 12,39°.

Mesmo não obtendo grandes melhorias na molhabilidade da liga após a adição do zircônio, o mesmo também não a influenciou negativamente nesse aspecto, mantendo um valor baixo de ângulo de contato. Algo desejável, visto que superfícies hidrofílicas melhoram a biocompatibilidade do titânio, melhorando a adsorção de proteínas e a proliferação de osteoblastos (Tang et al., 2024).

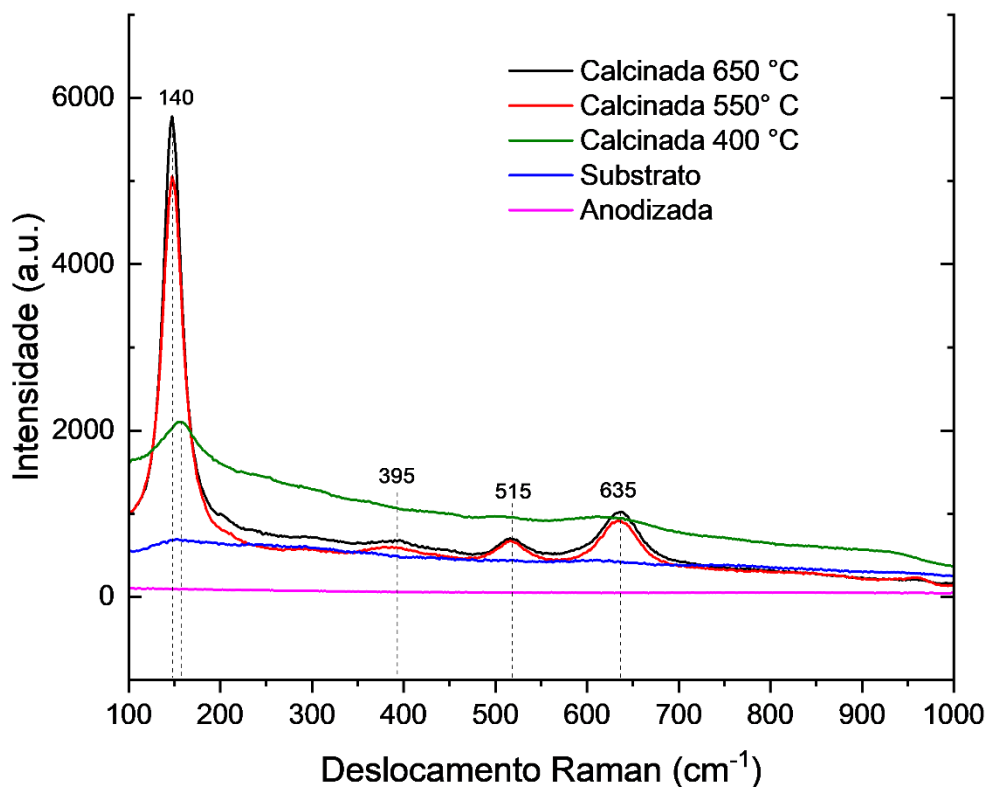
4.3 ESPECTROSCOPIA RAMAN

A figura 32 a seguir apresenta o gráfico do espectro Raman obtido para as amostras antes e após a anodização e calcinação. Segundo Carobolante (2017), os picos esperados no espectro Raman surgem apenas após a calcinação, visto que esses picos são relacionados às fases anatase e rutilo do TiO_2 , que são estruturas cristalinas que se formam após o tratamento térmico em diferentes temperaturas. A espectroscopia Raman é uma técnica muito usada para identificar essas fases, porque cada estrutura cristalina apresenta modos vibracionais característicos que aparecem em diferentes posições no espectro (deslocamento Raman, em cm^{-1}) (Lubas et al., 2014).

Para a fase anatase, o pico mais característico está na posição 144 cm^{-1} (Eg); é um pico intenso e estreito, considerado a assinatura principal da fase. A anatase também pode apresentar picos em 197 cm^{-1} (Eg), 399 cm^{-1} (B1g), $513 - 519 \text{ cm}^{-1}$ (Eg) e 639 cm^{-1} (Eg). Já a fase rutilo apresenta picos em 447 cm^{-1} (Eg), 612 cm^{-1} (A1g), 143 cm^{-1} (B1g), 826 cm^{-1} (B2g) e uma banda larga em 236 cm^{-1} . O pico mais característico da fase rutilo é o situado a 447 cm^{-1} (Yan et al., 2025).

A simetria dos modos vibracionais ativos no espelhamento Raman, de acordo com a teoria dos grupos, está representada pelas nomenclaturas (Eg), (B1g), (A1g) e (B2g). (Eg) Representa uma vibração simétrica, ativa no Raman, associada ao movimento dos átomos de oxigênio. (A1g) Representa uma vibração não degenerada, ligada a alongamentos simétricos Ti-O. E (B1g) é uma vibração não degenerada, associada ao movimento perpendicular da rede (Lubas et al., 2014).

Figura 32 - Espectroscopia Raman liga quaternária Ti10Mo8Nb6Zr



Fonte: Elaborado pelo autor

A partir do espectro Raman das amostras foi possível identificar picos característicos da fase anatase nas posições 140 cm⁻¹, 395 cm⁻¹, 515 cm⁻¹ e 635 cm⁻¹. Principalmente para amostras calcinadas em maiores temperaturas, como as de 550 °C e 650 °C. A amostra calcinada a 400 °C apresentou pico somente na posição de 140 cm⁻¹. Como esperado, para a amostra do substrato anodizada sem tratamento térmico não apareceu nenhum pico do espectro, visto que ambas apresentam uma estrutura amorfa.

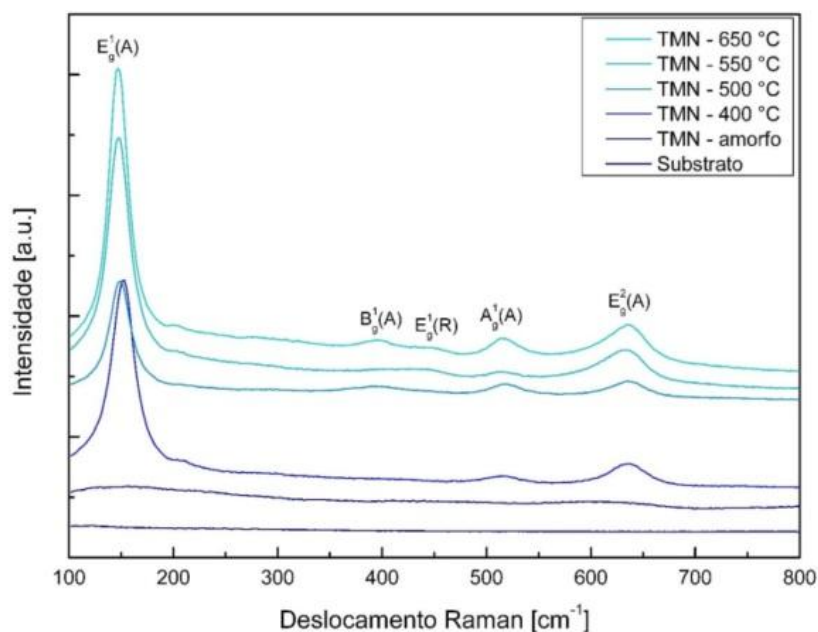
Em comparação com o espectro Raman da liga ternária (figura 33), vemos uma grande similaridade, em que a maior parte dos picos é correspondente à fase anatase. A liga ternária apresentou picos secundários mais bem definidos da fase anatase, com algumas diferenças relativas às intensidades das bandas secundárias. Na liga ternária, foi possível identificar discretos picos representando a fase rutilo nas

amostras calcinadas a temperaturas mais altas, entre 550 e 650 °C (Carobolante, 2017).

O espectro da liga quaternária (particularmente nas amostras à temperatura mais baixa) apresenta bandas mais largas (mais suaves) na região intermediária (300 a 700 cm^{-1}), sugerindo menor cristalização ou maior presença de defeitos na estrutura. Na liga ternária, os picos aparecem, em algumas curvas, mais estreitos, mostrando melhor cristalinidade. A liga quaternária também mostra um sinal de fundo mais elevado em comparação com a liga ternária, o que pode indicar maior desordem, defeitos ou fluorescência (Oluwabi et al., 2018; Chang; Doong, 2006).

Em ambas as ligas, o aumento da temperatura aumenta a intensidade do pico característico da anatase, ou seja, ocorre uma melhor cristalização do material em maiores temperaturas. Mas a resposta em intensidade e nas posições aparenta ser diferente entre as ligas; isso sugere que o zircônio pode influenciar a cinética de cristalização e a estabilidade de fase da liga (Bartkowiak et al., 2021; Chaves et al., 2016).

Figura 33 - Espectro Raman da liga ternária Ti10Mo8Nb



Fonte: Carobolante (2017)

O zircônio é um elemento com maior massa atômica do que o titânio; desse modo, a sua incorporação na rede cristalina pode alterar as frequências vibracionais, o que tende a deslocar os picos ligeiramente para frequências mais baixas. Isso poderia explicar o pequeno deslocamento do pico característico da anatase de 144

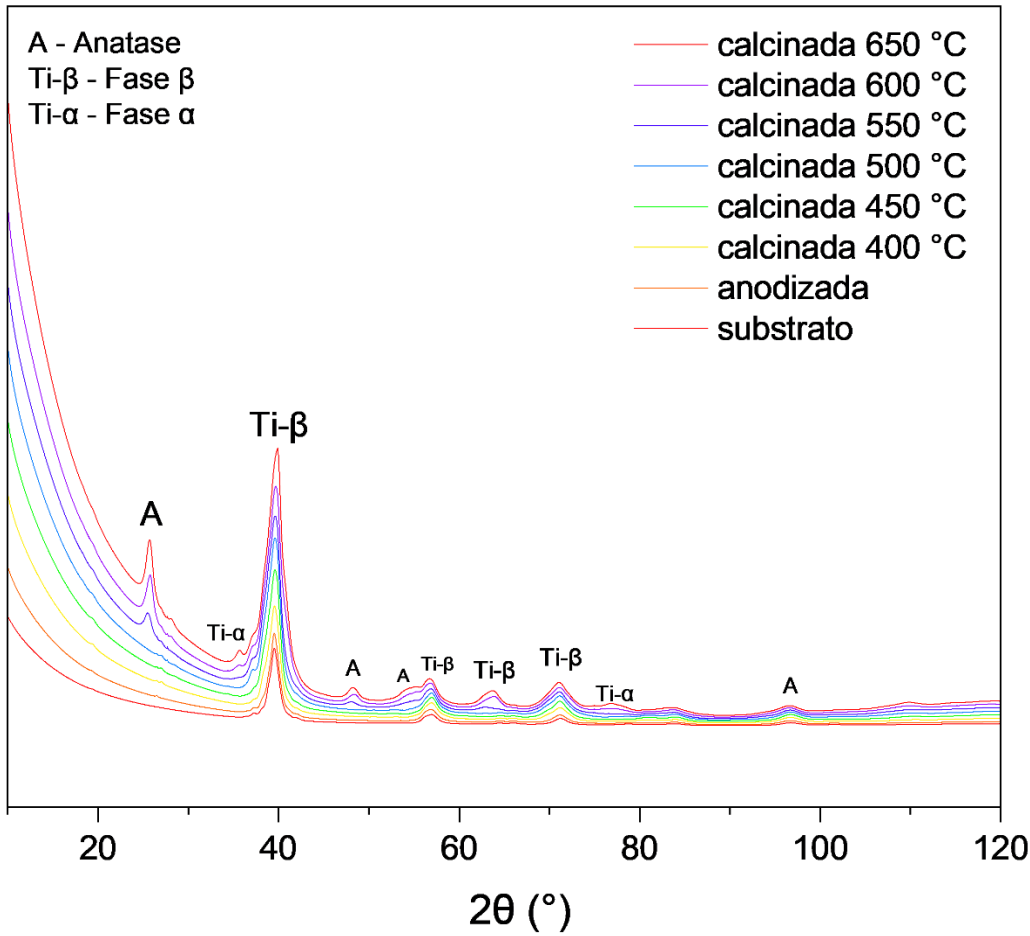
cm^{-1} para 140 cm^{-1} , observado na liga quaternária. A substituição parcial de átomos de titânio pelos de zircônio pode gerar uma deformação da célula unitária, por conta da diferença de raio iônico, e gerar uma tensão localizada. Isso pode aparecer como um alargamento dos picos e um possível aumento do fundo espectral (Oluwabi et al., 2018; Chang; Doong, 2006).

Elementos dopantes como o zircônio frequentemente estabilizam a fase anatase e retardam a transformação da fase rutilo, exigindo maiores temperaturas para que ela ocorra. Assim, a presença contínua da fase anatase em temperaturas elevadas pode ter influência do zircônio (Bartkowiak et al., 2021).

4.4 DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

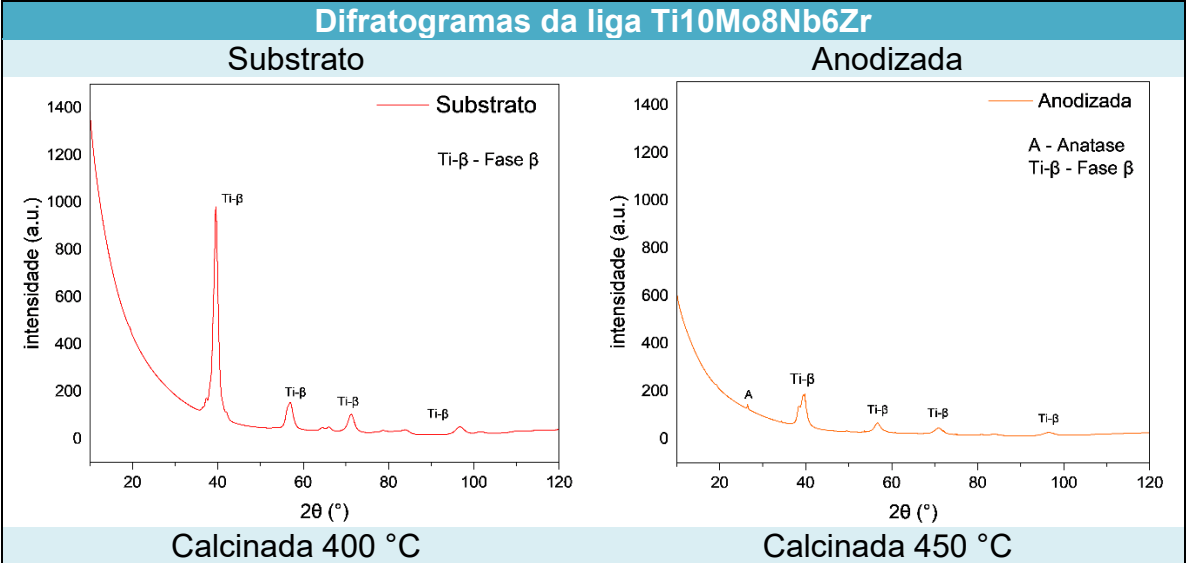
A figura 34 mostra um quadro geral dos difratogramas obtidos para as oito condições analisadas e o quadro 3 apresenta os difratogramas para cada condição separadamente para melhor visualização dos picos.

Figura 34 - Difratoograma das oito condições analisadas da liga Ti10Mo8Nb6Zr



Fonte: Elaborado pelo autor

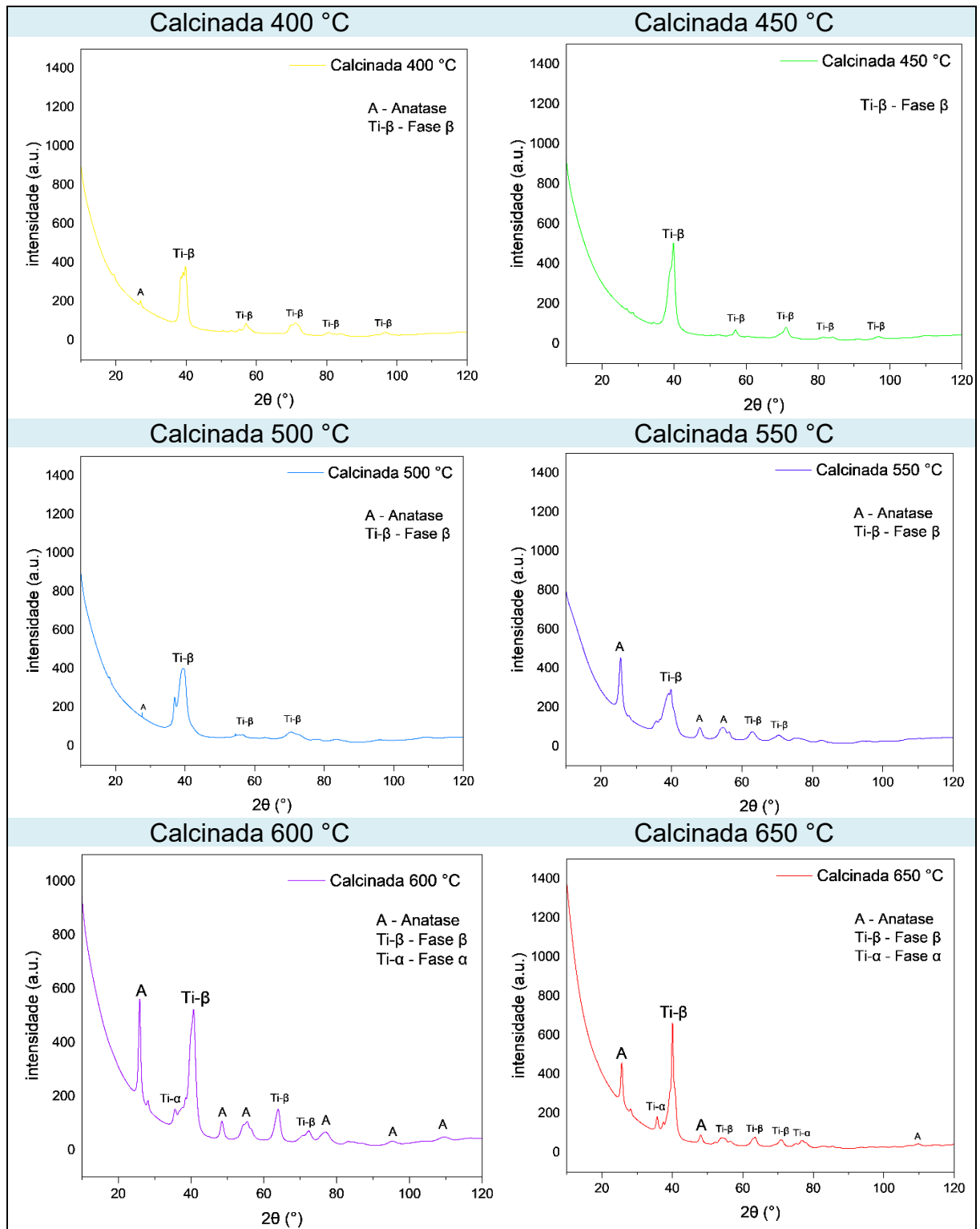
Quadro 3 - Difratoграмas da liga Ti10Mo8Nb6Zr



Continua

Quadro 4 - Difratomogramas da liga Ti10Mo8Nb6Zr

Conclusão



Fonte: Elaborado pelo autor

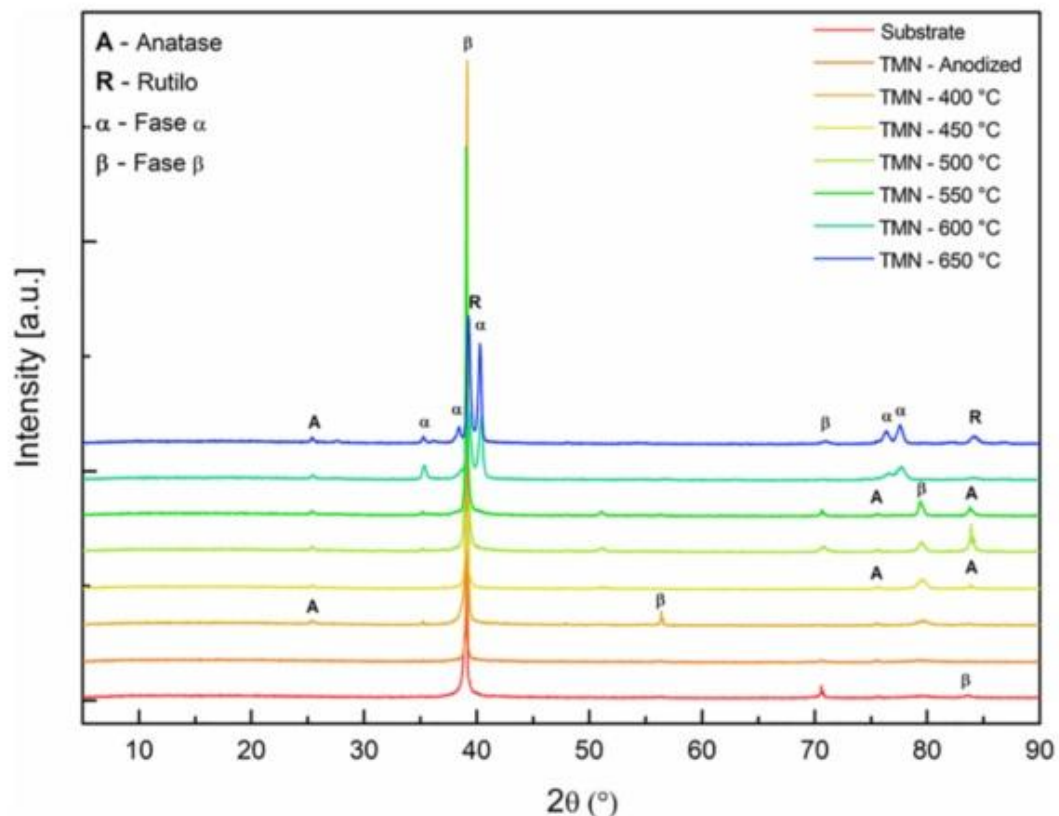
As fases identificadas no difratograma foram a anatase, a fase β (CCC) e a fase α (HC). Os picos referentes à anatase cresceram com o aumento da temperatura, destacando-se mais nas amostras calcinadas a 600 °C e 650 °C; no entanto, não foi

observada a presença da fase rutilo (que também não estava presente no espectro Raman).

A fase β se mostrou presente em praticamente todas as condições analisadas, sendo a fase dominante no substrato. Em temperaturas mais altas, foi observada também a presença da fase α , em picos bem discretos.

Em comparação com os resultados obtidos para a liga ternária (figura 35), vemos que as ligas têm muitos aspectos em comum, como a presença da fase anatase em todas as amostras calcinadas a temperaturas acima de 400 °C; a predominância da fase β no substrato e nas amostras calcinadas e a aparição da fase α entre as temperaturas de 400 °C e 550 °C. No entanto, a grande diferença entre os difratogramas é a ausência da fase rutilo na amostra quaternária. Na liga ternária, a estrutura de rutilo apareceu nos difratogramas das amostras calcinadas a temperaturas mais altas.

Figura 35 - Difratograma das oito condições analisadas da liga ternária Ti10Mo8Nb



Fonte: Carobolante et al. (2020)

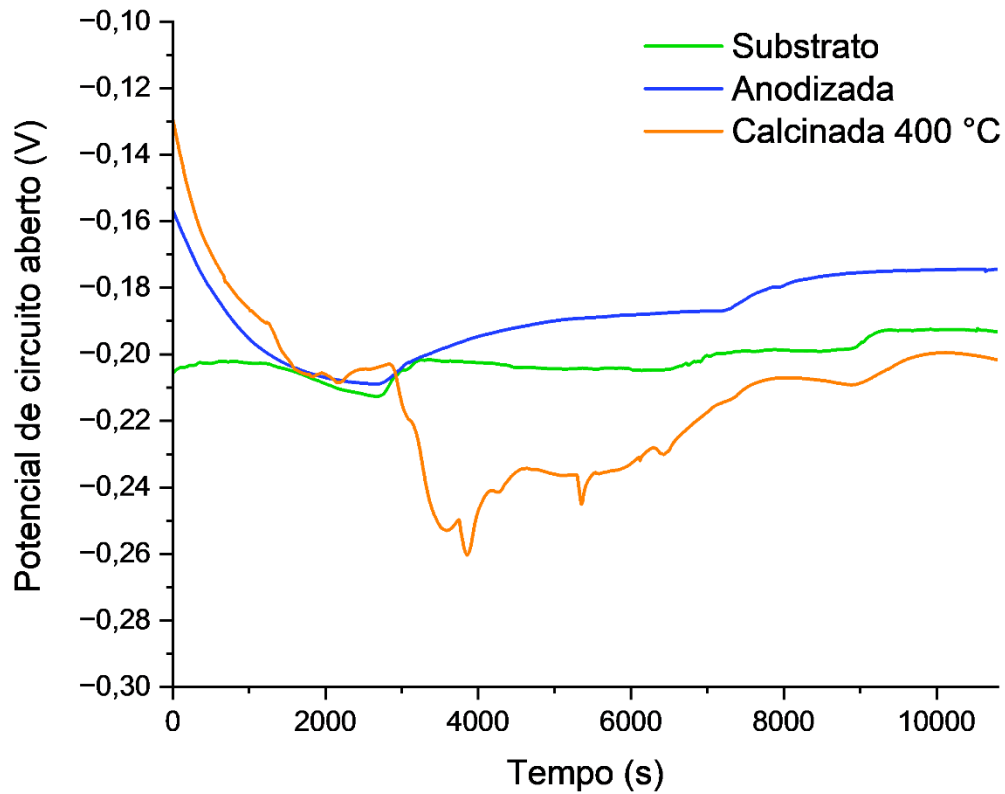
A principal diferença entre as duas ligas está na formação do rutilo; na liga ternária houve a transformação de anatase para rutilo em temperaturas acima de 600 °C. Já na liga quaternária, a adição de zircônio parece ter impedido ou retardado a

formação da fase rutilo e beneficiado a estabilização da fase anatase (Zhang et al., 2013).

4.5 ENSAIO DE CORROSÃO

A figura 36 apresenta as curvas de potencial de circuito aberto (OCP) versus tempo para as amostras analisadas. Os testes de corrosão foram feitos para 3 condições: amostra de titânio sem tratamento de superfície, amostra com tratamento de anodização e amostra com tratamento de anodização seguido de calcinação. As medidas de potencial de circuito aberto para a amostra anodizada e para o substrato mostraram uma queda e retorno do potencial, sugerindo um reajuste no filme de reposição. Elas também mostraram um comportamento estável, próximo a -0,21 V, que é compatível com a passivação natural do titânio. Já a amostra calcinada a 400 °C apresentou muitas quedas e retornos nos valores de potencial, o que pode sugerir que a camada apresente trincas ou porosidade. O que é condizente com a morfologia nanotubular formada na amostra calcinada a 400 °C (Ramaswamy et al., 2025).

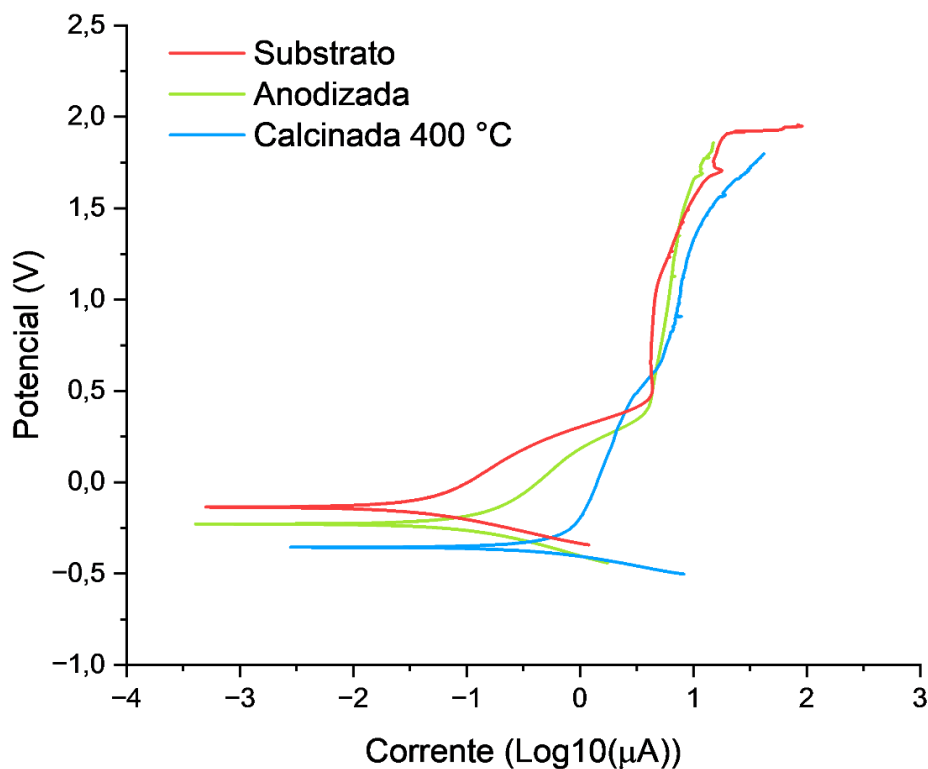
Figura 36 - Medidas de potencial de circuito aberto para liga Ti10Mo8Nb6Zr



Fonte: Elaborado pelo autor

A figura 37 apresenta as curvas de polarização de cada condição analisada; a partir dessas curvas, foram extraídos o potencial de corrosão (E_{corr}), a corrente de corrosão (i_{corr}) e a densidade de corrente de corrosão (j_{corr}), que estão apresentados no quadro 4.

Figura 37 - Curvas de polarização da liga Ti10Mo8Nb6Zr, utilizando solução de Hanks como eletrólito (pH=7,4) e velocidade de varredura de 1 mV/s



Fonte: Elaborado pelo autor

Quadro 5 - Parâmetros extraídos a partir das curvas de polarização da liga Ti10Mo8Nb6Zr

	Substrato	Anodizada	Calcinada 400 °C
Potencial de corrosão (E_{corr}) [V]	-0,137	-0,229	-0,355
Corrente de corrente (i_{corr}) [μA]	0,032	0,082	0,287
Densidade de corrente de corrosão (j_{corr}) [μA/cm²]	0,041	0,105	0,366

Fonte: Elaborado pelo autor

A parte catódica da curva de polarização da liga é característica da reação de redução da água. Esse processo produz hidroxilas (OH), o que pode aumentar o pH da solução do ensaio; por isso, é importante que a tensão inicial (normalmente 0,3 V

abaixo do potencial OCP de equilíbrio) não seja muito baixa, arriscando influenciar os resultados obtidos no ensaio.

Analisando os resultados obtidos, vemos que a amostra calcinada a 400 °C apresentou o potencial de corrosão mais negativo e maior corrente de corrosão, refletindo uma redução na resistência eletroquímica, o que é coerente com a morfologia nanotubular obtida. Apesar dessa redução, a presença de nanotubos é desejável para aplicações biomédicas, pois aumenta a rugosidade e a área superficial, favorecendo a adesão celular e a bioatividade (Jáquez-Muñoz et al., 2024).

A amostra do substrato apresentou baixa corrente de corrosão e potencial de corrosão mais positivo, indicando a formação de uma camada pseudopassiva natural relativamente uniforme e compacta.

5 CONCLUSÃO

Tendo em vista que o objetivo geral deste trabalho foi a investigação da influência do zircônio nas propriedades da superfície da liga Ti10Mo8Nb6Zr após oxidação anódica, visando futuras aplicações biomédicas, foi possível concluir que:

- a) O zircônio influenciou positivamente a formação de nanotubos, embora os parâmetros de anodização ainda possam ser otimizados para formação mais uniforme das nanoestruturas na superfície.
- b) O comportamento hidrofílico da liga sem tratamento de superfície melhorou com a adição do zircônio; no entanto, não houve grandes mudanças para as amostras anodizadas e calcinadas.
- c) Após os processos de calcinação, foi constatada a presença da fase anatase em amostras calcinadas acima de 400 °C; no entanto, o zircônio pareceu retardar a transformação da fase rutilo.
- d) Análises de DRX confirmaram a crescente cristalização da liga à medida que aumentam as temperaturas de calcinação. E reiteraram a ausência da fase rutilo mesmo em altas temperaturas.
- e) O processo de calcinação mostrou efeitos negativos quanto à resistência à corrosão da liga, quando comparado com as amostras sem tratamento térmico.

Dessa forma, a adição de zircônio à liga Ti10Mo8Nb aparenta ser uma opção promissora visando futuras aplicações biomédicas, visto que o elemento mostrou boa influência na morfologia das nanoestruturas formadas na liga.

Como proposta para trabalhos futuros, seria de grande interesse realizar testes *in vitro* para a análise da adesão celular à superfície anodizada da liga e também realizar análises mecânicas da camada anodizada.

REFERÊNCIAS

ALI, S. H. R.; ALMAATOQ, M. M.; MOHAMED, A. S. Classifications, surface characterization and standardization of nanobiomaterials. **International Journal of Engineering & Technology**, Amman, p. 187-199, 2023.

ARIFIN, A. *et al.* Material processing of hydroxyapatite and titanium alloy (HA/Ti) composite as implant materials using powder metallurgy: A review. **Materials and Design**, Xian, p. 165 – 175, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.09.045>. Acesso em: 02 abr. 2024.

BARTKOWIAK, A. *et al.* How can the introduction of Zr⁴⁺ ions into TiO₂ nanomaterial impact the DSSC photoconversion efficiency? A comprehensive theoretical and experimental consideration. **Materials**, Basel, v. 14, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma14112955>. Acesso em: 07 dez. 2024.

CALAZANS NETO, J. V. *et al.* Recent advances and prospects in β -type titanium alloys for dental implants applications. **ACS Biomaterials Science & Engineering**, Washington, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.4c00963>. Acesso em: 15 jan. 2025.

CAPELLATO, P. *et al.* Titanium-tantalum alloy surface modification by hydroxyapatite layer on TiO₂ nanotubes: effect on microbial activity. **Materials Research**, São Carlos, v. 24, 2021. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2021-0285>. Acesso em: 26 mar. 2025.

CAROBOLANTE, J. P. A. **Surface modification of the experimental alloy Ti10Mo8Nb employing anodic oxidation: in vitro studies**. Orientadora: Ana Paula Rosifini Alves. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2017. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/150122>. Acesso em: 03 mar. 2024.

CAROBOLANTE, J. P. A. *et al.* Nanoporous layer formation on the Ti10Mo8Nb alloy surface using anodic oxidation. **Surface And Coatings Technology**, Amsterdam, v. 386, 2020. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125467>. Acesso em: 03 mar. 2024.

CHANG, S.; DOONG R. Characterization of Zr-doped TiO₂ nanocrystals prepared by a nonhydrolytic sol-gel method at high temperatures. **Journal of Physical Chemistry**, Washington, v. 110, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/jp0626566>. Acesso em: 05 mar. 2025.

CHAVES J.M. *et al.* Characterization of the structure, thermal stability and wettability of the TiO₂ nanotubes growth on the Ti–7.5Mo alloy surface. **Applied Surface Science**, Amsterdam, v. 370, p. 76-82, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.02.017>. Acesso em: 04 fev. 2025.

CHEN, Q.; THOUAS, G. A. Metallic implant biomaterials. **Materials Science & Engineering R**, Amsterdam, v. 87, p. 1–57, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mser.2014.10.001>. Acesso em: 28 abr. 2024.

DHIFLAOUI, H. *et al.* Corrosion study of TiO₂ nanotubes decorated with Ag silver nanoparticles prepared by photoreduction process. **Journal of Materials Engineering and Performance**, New York, v. 34, p. 16230-16243, 2025. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11665-024-10326-8>. Acesso em: 13 jun. 2025.

DJENDEL, A. *et al.* Improved corrosion and adhesion properties of titanium alloy for endoprostheses applications using a two-step anodization method. **Surface and Coatings Technology**, Amsterdam, v. 461, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2023.129437>. Acesso em: 14 mai. 2025.

DUMAS, V. *et al.* Femtosecond laser nano/micro patterning of titanium influences mesenchymal stem cell adhesion and commitment. **Biomedical Materials**, London, v. 10, 2015. Disponível em: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1748-6041/10/5/055002>. Acesso em: 21 out. 2024.

DURDU, S. *et al.* Surface characterization of TiO₂ nanotube arrays produced on Ti6Al4V alloy by anodic oxidation. **Surface and Coatings Technology**, Amsterdam, v. 428, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127903>. Acesso em: 25 mai. 2024.

DURDU, S. *et al.* Characterization and mechanical properties of TiO₂ nanotubes formed on titanium by anodic oxidation. **Ceramics International**, London, v. 47, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.12.218>. Acesso em: 25 mai. 2024.

FANTON, L. *et al.* Proliferation of osteoblast precursor cells on the surface of TiO₂ nanowires anodically grown on a β -type biomedical titanium alloy. **Scientific Reports**, Wuhan, v. 12, 2022. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/s41598-022-11981-4>. Acesso em: 14 mar. 2025.

FRAOUCENE, H. *et al.* TiO₂ nanotubes with nanoglass structure: the effect of the anodizing voltage on the formation mechanism and structure properties. **Journal of Electronic Materials**, New York, v. 48, 2019. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11664-019-06951-y>. Acesso em: 09 jun. 2024.

FU, Y.; MO, A. A review on the electrochemically self-organized titania nanotube arrays: synthesis, modifications, and biomedical applications. **Nanoscale Research Letters**, New York, v. 13, p. 187, 2018. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1186/s11671-018-2597-z>. Acesso em: 12 nov. 2024.

GEETHA, M. *et al.* Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants—a review. **Progress in Materials Science**, London, v. 54, n. 3, p. 397-425, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.06.004>. Acesso em: 20 mar. 2024.

GUERRA-YÁNEZ, H. *et al.* Corrosion behavior of new titanium alloys for medical applications. **Materials Today: Proceedings**, London, v. 72, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.08.112>. Acesso em: 25 abr. 2024.

HAO, C. *et al.* The osseointegration and stability of dental implants with different surface treatments in animal models: a network meta-analysis. **Scientific Reports**, Wuhan, 2021. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/s41598-021-93307-4>. Acesso em: 14 fev. 2025.

HYAM, R. S.; CHOI, D. Effects of titanium foil thickness on TiO₂ nanostructures synthesized by anodization. **Royal Society of Chemistry Advances**, London, v. 3, 2013. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2013/ra/c3ra40581h>. Acesso em: 07 jun. 2024.

IM, G. Biomaterials in orthopaedics: the past and future with immune modulation. **Biomaterials Research**, Seoul, v. 24, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1186/s40824-020-0185-7>. Acesso em: 06 abr. 2025.

IONESCU, F. *et al.* Comparative analysis of the corrosion resistance of titanium alloys intended to come into direct or prolonged contact with live tissues. **Advances in Alloys, Ceramics and Polymers Used in Dentistry**, Timisoara, v. 12, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma12172841>. Acesso em: 14 jun. 2024.

JÁQUEZ-MUÑOZ, J. M. *et al.* Corrosion of anodized titanium alloys. **Coatings**, Basel, v. 14, p. 809, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/coatings14070809>. Acesso em: 09 jul. 2025.

JASINSKI, J. J. *et al.* Raman spectroscopy imaging and microstructure characterisation of Ag⁺ implanted TiO₂ hybrid layers. **Journal of Molecular Structure**, Amsterdam, v. 1349, 2025. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2025.143775>. Acesso em: 14 mai. 2025.

KANG, B. *et al.* Evaluation of antibacterial property and biocompatibility of Cu doped TiO₂ coated implant prepared by microarc oxidation. **Frontiers in Bioengineering and Biotechnology**, Lausanne, v. 10, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.3389/fbioe.2022.941109>. Acesso em: 18 jul. 2025.

KANG, B. B. *et al.* Antibacterial activity and bioactivity of Zn-doped TiO₂ coating for implants. **Coatings**, Basel, v. 12, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/coatings12091264>. Acesso em: 22 jun. 2025.

KHUDHAIR, D. *et al.* Anodization parameters influencing the morphology and electrical properties of TiO₂ nanotubes for living cell interfacing and investigations. **Materials Science and Engineering C**, Amsterdam, v. 59, p. 1125-1142, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.10.042>. Acesso em: 18 jun. 2024.

KIRMANIDOU, Y. *et al.* New Ti-alloys and surface modifications to improve the mechanical properties and the biological response to orthopedic and dental implants:

a review. **BioMed Research International**, Hoboken, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1155/2016/2908570>. Acesso em: 25 jan. 2025.

KONATU, R. T. *et al.* XPS Characterization of TiO₂ nanotubes growth on the surface of the Ti₁₅Zr₁₅Mo alloy for biomedical applications. **Journal of Functional Biomaterials**, Basel, v. 14, p. 353, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/jfb14070353>. Acesso em: 02 abr. 2024.

KULKARNI, M. *et al.* Titanium nanostructures for biomedical applications. **Nanotechnology**, London, v. 26, 2015. Disponível em: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0957-4484/26/6/062002>. Acesso em: 10 fev. 2025.

KUMAR, J. S.; KUMAR, R.; VERMA, R. Surface modification aspects for improving biomedical properties in implants: a review. **Acta Metallurgica Sinica**, Xian, v. 37, p. 213-241, 2024. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s40195-023-01631-7>. Acesso em: 16 nov. 2024.

LEE, B. *et al.* Osteoblastic behavior to zirconium coating on Ti-6Al-4V alloy. **Journal of Advanced Prosthodontics**, Seoul, v. 6, p. 512-520, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.4047/jap.2014.6.6.512>. Acesso em: 14 jul. 2025.

LEE, K.; MAZARE, A.; SCHMUKI, P. One-dimensional titanium dioxide nanomaterials: nanotubes. **Chemical Reviews Journal**, Washington, v. 114, p. 9385-9454, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/cr500061m>. Acesso em: 19 abr. 2024.

LI, Y. *et al.* Study of mesoporous Zr-TiO₂ catalyst with rich oxygen vacancies for n-methylmorpholine oxidation to n-methylmorpholine-n-oxide. **Molecules**, Basel, v. 29, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/molecules29163812>. Acesso em: 5 ago. 2025.

LIN, X. *et al.* Micro-dot-matrix induced by femtosecond laser on titanium surface for Ca-P phase deposition. **Applied Surface Science**, Amsterdam, v. 499, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.143925>. Acesso em: 20 fev. 2025.

LU, R. J. *et al.* Tantalum-incorporated hydroxyapatite coating on titanium implants: its mechanical and in vitro osteogenic properties. **Journal of Materials Science-Materials in Medicine**, New York, v. 30, 2019. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10856-019-6308-9>. Acesso em: 11 set. 2024.

LUBAS, M. *et al.* Fabrication and characterization of oxygen-diffused titanium using spectroscopy method. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, Amsterdam, v. 133, p. 883-886, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2009.06.011>. Acesso em: 03 mar. 2025.

MAKURAT-KASPROLEWICZ, B.; OSSOWSKA, A. Recent advances in electrochemically surface treated titanium and its alloys for biomedical applications: A

review of anodic and plasma electrolytic oxidation methods. **Materials Today Communications**, London, v. 34, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.105425>. Acesso em: 6 mai. 2025.

MANSOORIANFAR, M. *et al.* Preparation and characterization of TiO₂ nanotube arrays on Ti6Al4V surface for enhancement of cell treatment. **Surface and Coatings Technology**, Amsterdam, v. 321, p. 409-415, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.05.016>. Acesso em: 11 fev. 2025.

MARIN, E.; LANZUTTI, A. Biomedical applications of titanium alloys: a comprehensive review. **Materials**, Basel, v. 17, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma17010114>. Acesso em: 6 jan. 2025.

MINAGAR, S. *et al.* A review of the application of anodization for the fabrication of nanotubes on metal implant surfaces. **Acta Biomaterialia**, Pittsburgh, v. 8, p. 2875-2888, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2012.04.005>. Acesso em: 05 mar. 2025.

MOHAN, L. *et al.* Effect of electrolyte temperature and anodization time on formation of TiO₂ nanotubes for biomedical applications. **Materials Today Communications**, London, v. 23, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101103>. Acesso em: 04 mar. 2025.

MOLINARI, A.; KLARIN, J.; JOHANSSON, F. Mechanical properties of porous structures produced by selective laser melting of a Ti6AL4V alloy powder. **Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy**, Kyoto, v. 65, p. 481-485, 2018. Disponível em: https://www.jstage.jst.go.jp/article/jjspm/65/8/65_481/_pdf. Acesso em: 1 ago. 2024.

MOR, G.K. *et al.* A review on highly ordered, vertically oriented TiO₂ nanotube arrays: Fabrication, material properties, and solar energy applications. **Solar Energy Materials & Solar Cells**, Amsterdam, v. 90, p. 2011-2075, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2006.04.007>. Acesso em: 26 mar. 2025.

NADUVATH, J.; BHARGAVA, P.; MALLICK, S. Mechanism of titania nanograss formation during anodization. **Chemical Physics Letters**, Amsterdam, v. 626, p. 15-19, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2015.03.011>. Acesso em: 30 mar. 2025.

NIINOMI, M.; NAKAI, M. Titanium-based biomaterials for preventing stress shielding between implant devices and bone. **International Journal of Biomaterials**, New Jersey, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1155/2011/836587>. Acesso em: 07 jun. 2025.

NNAMCHI, P. S. *et al.* Mechanical and electrochemical characterisation of new Ti-Mo-Nb-Zr alloys for biomedical applications. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, Amsterdam, v. 60, p. 68-77, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.12.023>. Acesso em: 14 mai. 2024.

OLUWABI, A. T. *et al.* Effect of Zr doping on the structural and electrical properties of spray deposited TiO₂ thin films. **Proceedings of the Estonian Academy of Sciences**, Tallinn, v. 67, p. 147-157, 2018. Disponível em: https://kirj.ee/public/proceedings_pdf/2018/issue_2/proc-2018-1-147-157.pdf. Acesso em: 18 abr. 2025.

OU, P. *et al.* Cytocompatibility of Ti–xZr alloys as dental implant materials. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, New York, v. 32, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10856-021-06522-w>. Acesso em: 6 mai. 2025.

PEREIRA JÚNIOR, A. **Caracterização microestrutural e mecânica da liga Ti10Mo8Nb6Zr para aplicações biomédicas**. Orientadora: Ana Paula Rosifini Alves. 2019. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2019. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/181754>. Acesso em: 14 abr. 2024.

PEREIRA, B. L. *et al.* Scratch-resistant and well-adhered nanotube arrays produced via anodizing process on β -titanium alloy. **Materials Today Communications**, London, v. 26, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101947>. Acesso em: 21 jun. 2025.

PESODE, P.; BARVE, S. A review—metastable β titanium alloy for biomedical applications. **Journal of Engineering and Applied Science**, Berlin, v. 70, 2023. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1186/s44147-023-00196-7>. Acesso em: 29 abr. 2025.

RAMASWAMY, N. *et al.* Electrochemical corrosion performance of anodic TiO₂ nanotubes synthesized from glycerol-NH₄F stirred electrolytes. **The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society**, Warrendale, v. 77, 2025. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11837-025-07388-x>. Acesso em: 8 jun. 2025.

RANGEL, A. L. R. *et al.* Modification of the Ti15Mo alloy surface through TiO₂ nanotube growth—an in vitro study. **Journal of Applied Biomaterials & Functional Materials**, California, v. 16, p. 222-229, 2018. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1177/2280800018782851>. Acesso em: 22 abr. 2024.

REGONINI, D. *et al.* A review of growth mechanism, structure, and crystallinity of anodized TiO₂ nanotubes. **Materials Science and Engineering: R: Reports**, Lausanne, v. 74, n. 12, p. 377- 406, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mser.2013.10.001>. Acesso em: 12 mar. 2024.

RIBEIRO, B. *et al.* On growth and morphology of TiO₂ nanotubes on Ti6Al4V by anodic oxidation in ethylene glycol electrolyte: influence of microstructure and anodization parameters. **Recent Advances in Functional Nanomaterials**, Basel, v. 14, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma14102540>. Acesso em: 20 mai. 2024.

RICCI, V. P. *et al.* Assessment of anodization conditions and annealing temperature on the microstructure, elastic modulus, and wettability of β -Ti40Nb alloy. **Thin Solid**

Films, Amsterdam, v. 737, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2021.138949>. Acesso em: 15 ago. 2025.

SAJJADY, S. A. *et al.* Improving the surface energy of titanium implants by the creation of hierarchical textures on the surface via three-dimensional elliptical vibration turning for enhanced osseointegration. **Journal of Engineering in Medicine**, London, v. 233, p. 1226-1236, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1177/0954411919878306>. Acesso em: 26 nov. 2024.

SARRAF, M. *et al.* A state-of-the-art review of the fabrication and characteristics of titanium and its alloys for biomedical applications. **Bio-design and Manufacturing**, Singapore, v. 5, p. 371-395, 2021. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s42242-021-00170-3>. Acesso em: 15 mai. 2024.

SARRAF, M. *et al.* Anodization and nonstructural surface characterizations of fabricated Ti–29Nb–13Ta–7.1Zr alloy for biomedical applications and its mechanical, wettability, tribological, and corrosion properties. **Materials Chemistry and Physics**, Amsterdam, v. 314, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2023.128825>. Acesso em: 20 jun. 2024.

SEÇKIN, E.; URGEM M. A kinetic model for determining morphology transitions and growth kinetics of titania nanotubes during anodization of titanium in ethylene glycol based electrolytes. **Surface and Coatings Technology**, Amsterdam, v. 409, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.126840>. Acesso em: 2 mar. 2025.

SHARATH KUMAR, J.; KUMAR, R.; VERMA, R. Surface modification aspects for improving biomedical properties in implants: a review. **Acta Metallurgica Sinica (English Letter)**, Xian, v. 37, p. 213–241, 2024. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s40195-023-01631-7>. Acesso em: 21 mar. 2025.

SUN, Y. *et al.* Mechanism of zirconia microgroove surface structure for osseointegration. **Materials Today Advances**, London, v. 12, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mtadv.2021.100159>. Acesso em: 14 nov. 2024.

TANG, H. *et al.* Review on the fabrication of surface functional structures for enhancing bioactivity of titanium and titanium alloy implants. **Chinese Journal of Mechanical Engineering**, Wuhan, v. 37, 2024. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1186/s10033-024-01064-y>. Acesso em: 11 ago. 2024

TODROS, S.; TODESCO, M.; BAGNO, A. Biomaterials and their biomedical applications: from replacement to regeneration. **Processes**, Basel, v. 9, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/pr9111949>. Acesso em: 12 out. 2024.

VU, A. A. *et al.* Mechanical and biological properties of ZnO, SiO₂, and Ag₂O doped plasma sprayed hydroxyapatite coating for orthopaedic and dental applications. **Acta**

Biomaterialia, Pittsburgh, v. 92, p. 325-335, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.05.020>. Acesso em: 31 ago. 2025.

WAN, Y. *et al.* Construction and characterization of micro/nano-topography on titanium alloy formed by micro-milling and anodic oxidation. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, London, v. 98, p. 29-35, 2018. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s00170-017-0323-0>. Acesso em: 9 ago. 2024.

WANG, B. B. *et al.* Mg/Cu-doped TiO₂ nanotube array: A novel dual-function system with self-antibacterial activity and excellent cell compatibility. **Materials Science & Engineering C**, Amsterdam, v. 128, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msec.2021.112322>. Acesso em: 4 set. 2024.

WANG, C. *et al.* Enhanced osseointegration of titanium alloy implants with laser microgrooved surfaces and graphene oxide coating. **ACS Applied Materials and Interfaces**, Washington, v. 11, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/acsami.9b12733>. Acesso em: 9 jul. 2024.

WANG, F. *et al.* Bioinspired micro/nano fabrication on dental implant–bone interface. **Applied Surface Science**, Amsterdam, v. 265, p. 480-488, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2012.11.032>. Acesso em: 13 ago. 2024.

WANG, F. *et al.* Tantalum coated on titanium dioxide nanotubes by plasma spraying enhances cytocompatibility for dental implants. **Surface and Coatings Technology**, Amsterdam, v. 382, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.125161>. Acesso em: 25 mar. 2024.

WANG, G. *et al.* Bioactivity of micropatterned TiO₂ nanotubes fabricated by micro-milling and anodic oxidation. **Materials Science and Engineering C-Materials for Biological Applications**, Amsterdam, v. 95, p. 114-121, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msec.2018.10.068>. Acesso em: 19 mar. 2025.

WANG, G. S.; WAN, Y.; LIU, Z. Q. Construction of complex structures containing micro-pits and nano-pits on the surface of titanium for cytocompatibility improvement. **Materials**, Basel, v. 12, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma12172820>. Acesso em: 8 dez. 2024.

WANG, K. *et al.* Titanium dioxide nanotubes as drug carriers for infection control and osteogenesis of bone implants. **Drug Delivery and Translational Research**, New York, v. 11, p. 1456-1474, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s13346-021-00980-z>. Acesso em: 6 abr. 2025.

WANG, T.; WAN, Y.; LIU, Z. Effects of superimposed micro/nano-structured titanium alloy surface on cellular behaviors in vitro. **Advanced Engineering Materials**, Weinheim, v. 18, p. 1259-1266, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/adem.201600045>. Acesso em: 18 mai. 2025.

WANG, W. *et al.* Various antibacterial strategies utilizing titanium dioxide nanotubes prepared via electrochemical anodization biofabrication method. **Biomimetics**,

Basel, v. 9, p. 408, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/biomimetics9070408>. Acesso em: 10 jul. 2024.

WU, K. *et al.* Antibacterial effects and mechanisms of graphene oxide loaded on TiO₂-nanotubemodified Ti: an in vitro study. **BMC Oral Health**, New York, v. 25, 2025. Disponível em: <https://doi.org/10.1186/s12903-025-06453-w>. Acesso em: 9 set. 2025.

XU, Y.; ZHAO, S.; CAI, Y. Design, preparation and performance research of β -type Ti-Mo-Nb-Zr alloy. **Applied Physics A**, Heidelberg, v. 128, 2022. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s00339-022-05538-5>. Acesso em: 5 jun. 2024.

YAN, J. *et al.* Understanding the effect of surface/bulk defects on the photocatalytic activity of TiO₂: anatase versus rutile. **Physical Chemistry Physics**, London, v. 15, 2013. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2013/cp/c3cp50927c>. Acesso em: 29 ago. 2025.

ZAHARIN, H. *et al.* Effect of unit cell type and pore size on porosity and mechanical behavior of additively manufactured Ti6Al4V scaffolds. **Materials**, Basel, v. 11, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma11122402>. Acesso em: 18 fev. 2025.

ZAKIR, O. *et al.* A review on TiO₂ nanotubes: synthesis strategies, modifications, and applications. **Journal of Solid State Electrochemistry**, Berlin, v. 27, p. 2289-2307, 2023. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10008-023-05538-2>. Acesso em: 16 out. 2024.

ZHANG, M. *et al.* Facile synthesis and enhanced visible light photocatalytic activity of N and Zr co-doped TiO₂ nanostructures from nanotubular titanate acid precursors. **Nanoscale Research Letters**, New York, v. 8, p. 543, 2013. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1186/1556-276X-8-543>. Acesso em: 19 fev. 2025.

ZHANG, X. *et al.* Preparation of superhydrophobic surface on titanium alloy via micro-milling, anodic oxidation and fluorination. **Micromachines**, Basel, v. 11, p. 316, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/mi11030316>. Acesso em: 27 ago. 2024.

ZHANG, X. X. *et al.* Microstructure, corrosion resistance, osteogenic activity and antibacterial capability of Mn-incorporated TiO₂ coating. **Applied Surface Science**, Amsterdam, v. 531, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.147399>. Acesso em: 22 set. 2024.

ZHAO, Q. M. *et al.* Promotion of bone formation and antibacterial properties of titanium coated with porous Si/Ag-doped titanium dioxide. **Frontiers in Bioengineering and Biotechnology**, Lausanne, v. 10, 2022. Disponível em: <https://www.frontiersin.org/journals/bioengineering-and-biotechnology/articles/10.3389/fbioe.2022.1001514/full>. Acesso em: 9 jun. 2025.

ZHENG, Q. C. *et al.* Biocompatibility of Ti-6Al-4V titanium alloy implants with laser microgrooved surfaces. **Materials Technology Advanced Performance Materials**,

London, v. 37, p. 2039-2048, 2022. Disponível em:
<https://doi.org/10.1080/10667857.2020.1816011>. Acesso em: 3 ago. 2024.

ZHOU, J. H; ZHAO, L. Z. Hypoxia-mimicking Co doped TiO₂ microporous coating on titanium with enhanced angiogenic and osteogenic activities. **Acta Biomaterialia**, Pittsburgh, v. 43, p. 358-368, 2016. Disponível em:
<https://doi.org/10.1016/j.actbio.2016.07.045>. Acesso em: 7 out. 2024.

ZHU, G.; WANG, G.; LI, J. J. Advances in implant surface modifications to improve osseointegration. **Materials Advances**, London, v. 2, p. 6901-6927, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1039/d1ma00675d>. Acesso em: 28 set. 2024.

ZWAHR, C. *et al.* Fabrication of multifunctional titanium surfaces by producing hierarchical surface patterns using laser-based ablation methods. **Scientific Reports**, Shanghai, v. 9, 2019. Disponível em:
<https://www.nature.com/articles/s41598-019-43055-3>. Acesso em: 12 nov. 2024.

ZWILLING, V. *et al.* Structure and physicochemistry of anodic oxide films on titanium and TA6V alloy. **Surface and Interface Analysis**, London, v. 27, p. 629–637, 1999. Disponível em: [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1096-9918\(199907\)27:7%3C629::AID-SIA551%3E3.0.CO;2-0](https://doi.org/10.1002/(SICI)1096-9918(199907)27:7%3C629::AID-SIA551%3E3.0.CO;2-0). Acesso em: 15 jul. 2024.

DADOS CURRICULARES

IDENTIFICAÇÃO	
	MARIELLE BATISTA GONÇALVES 12/05/1999
Nacionalidade	Brasileira
Nome em citações bibliográficas:	Gonçalves, Marielle Batista Gonçalves, M. B.
Currículo Lattes	http://lattes.cnpq.br/0499956534216380
ORCID	https://orcid.org/0009-0007-7405-8300
FORMAÇÃO ACADÊMICA	
2018/2023	Engenharia Mecânica - Bacharelado FEG - UNESP
PRODUÇÃO BIBLIOGRÁFICA	
GONÇALVES, M. B. Modificação da superfície da liga Ti10Mo8Nb6Zr por anodização. Trabalho de Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, 2023.	
PARTICIPAÇÃO EM BANCAS E ORIENTAÇÕES	
Bancas de trabalhos de conclusão	
SILVA, J. K. O.; GONÇALVES, M. B.; SCHIAVON, N. L. Participação em banca de Maria Carolina Fernandes Rodrigues. Síntese de acetato de cálcio a partir de resíduos de casca de ovo visando aplicações biomédicas . 2025. Monografia (Graduação em Engenharia de Materiais) - UNESP, Guaratinguetá, 2025.	
PARTICIPAÇÃO EM EVENTOS CIENTÍFICOS	
8º OBI – Workshop sobre Órgãos Artificiais, Biomateriais e Engenharia de Tecidos, 2024 (Fortaleza). Surface modification of Ti10Mo8Nb6Zr alloy by anodic oxidation. 2024. (Poster).	