



**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA  
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA  
PRO-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS**



**RENATO DA SILVA GONÇALVES**

**APLICAÇÃO DO MÉTODO DE TAGUCHI NA AVALIAÇÃO E  
CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DA SUPERFÍCIE DO  
NIÓBIO MODIFICADA PELO PROCESSO DE ANODIZAÇÃO A  
PLASMA ELETROLÍTICO**

**VOLTA REDONDA**

**2025**

**RENATO DA SILVA GONÇALVES**

**APLICAÇÃO DO MÉTODO DE TAGUCHI NA AVALIAÇÃO E  
CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DA SUPERFÍCIE DO  
NIÓBIO MODIFICADA PELO PROCESSO DE ANODIZAÇÃO A  
PLASMA ELETROLÍTICO**

Dissertação apresentada ao Mestrado Profissional em Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda – UniFOA, como requisito obrigatório para obtenção do título de Mestre em Materiais, na área de concentração processamento e caracterização de materiais metálicos, cerâmicos e poliméricos.

Orientador: Prof. Dr. Sérgio Roberto Montoro

Coorientador: Prof. Dr. Jorge Luiz Rosa

**VOLTA REDONDA**

**2025**

## FICHA CATALOGRÁFICA

Bibliotecária: Alice Tacão Wagner - CRB 7/RJ 4316

G635a Gonçalves, Renato da Silva

Aplicação do método de Taguchi na avaliação e caracterização das propriedades da superfície do nióbio modificada pelo processo de anodização a plasma eletrolítico. / Renato da Silva Gonçalves. - Volta Redonda: UniFOA, 2025. 62 p. II

Orientador (a): Prof. Dr. Sérgio Roberto Montoro

Coorientador (a): Prof. Dr. Jorge Luiz Rosa

Dissertação (Mestrado) – UniFOA / Mestrado Profissional em Materiais, 2025

1. Materiais - dissertação. 2. Plasma eletrolítico - anodização. 3. Nióbio. 4. Biomateriais. 5. Método de Taguchi. I. Montoro, Sérgio Roberto. II. Rosa, Jorge Luiz. III. Centro Universitário de Volta Redonda. IV. Título.

CDD – 620.1



FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA  
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA  
PRO-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS



RENATO DA SILVA GONÇALVES

APLICAÇÃO DO MÉTODO DE TAGUCHI NA AVALIAÇÃO E  
CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DA SUPERFÍCIE DO NIÓBIO  
MODIFICADA PELO PROCESSO DE ANODIZAÇÃO A PLASMA  
ELETROLÍTICO

Orientador: Prof. Dr. Sérgio Roberto Montoro

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO DO  
TÍTULO DE  
"MESTRE EM MATERIAIS"

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE MESTRADO  
PROFISSIONAL EM MATERIAIS

*Roberto de Oliveira Magnago*  
Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago  
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:

*Sérgio Roberto Montoro*

Prof. Dr. Sérgio Roberto Montoro  
Presidente / UniFOA

*Carlene Fourquet Bandeira*

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Carlene Fourquet Bandeira  
Examinador interno / UniFOA

*Cristian Cley Paterniani Rita*

Prof. Dr. Cristian Cley Paterniani Rita

Examinador externo / FATEC

Junho de 2025

## DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho à minha família, por terem me dado forças para conseguir atravessar todos os obstáculos até aqui.

## **AGRADECIMENTOS**

Quero agradecer primeiramente à Deus que me deu forças para seguir nessa caminhada.

À minha família que sempre me incentivou e ficou ao meu lado nos momentos mais difíceis.

Ao meu orientador Prof. Dr. Sérgio Roberto Montoro que não me deixou desistir e não mediu esforços para me ajudar sempre que precisei.

A todos, que de certa forma participaram dessa minha caminhada.

## EPÍGRAFE

"Embora ninguém possa voltar atrás e fazer um novo começo, qualquer um pode começar agora e fazer um novo fim."

Chico Xavier.

GONÇALVES, R. S. **Aplicação do método de Taguchi na avaliação e caracterização das propriedades da superfície do nióbio modificada pelo processo de anodização a plasma eletrolítico.** 2025. Dissertação (Mestrado Profissional em Materiais) – Fundação Oswaldo Aranha, Centro Universitário de Volta Redonda, Volta Redonda, 2025.

## RESUMO

Nos últimos anos, a busca por biomateriais com maior desempenho biológico e resistência à corrosão tem impulsionado o desenvolvimento de novas tecnologias de modificação superficial de metais. O nióbio tem se destacado como uma alternativa promissora devido à sua biocompatibilidade, resistência à corrosão e módulo de elasticidade próximo ao do tecido ósseo humano. Entre os métodos emergentes de tratamento de superfície, a anodização a plasma eletrolítico (EPO) tem se mostrado eficaz na formação de revestimentos cerâmicos funcionais sobre metais, capazes de melhorar significativamente suas propriedades físico-químicas e morfológicas. O presente trabalho investigou o processo de anodização a plasma eletrolítico (EPO) aplicado ao nióbio metálico, visando o desenvolvimento de superfícies funcionalizadas para aplicação como biomaterial. Utilizou-se o método de Taguchi para o planejamento experimental, com matriz  $L_9 (3^3)$ , permitindo a análise da influência de três parâmetros: concentração da solução eletrolítica, tensão e tempo de anodização. Foram obtidas nove amostras, caracterizadas em termos de molhabilidade (ângulo de contato), rugosidade superficial e morfologia, por meio de técnicas como microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados indicaram que as condições de anodização afetam diretamente as propriedades da superfície, com destaque para a amostra do experimento 2, que apresentou o maior valor de rugosidade superficial ( $11,53 \mu\text{m}$ ) e o menor ângulo de contato ( $19,06^\circ$ ), revelando elevada hidrofília e morfologia porosa, características favoráveis à adesão celular e osseointegração e a amostra do experimento 7, com a menor rugosidade ( $0,89 \mu\text{m}$ ) e o maior ângulo de contato ( $47,50^\circ$ ), apresentou superfície mais lisa e hidrofóbica, adequada para aplicações onde se deseja limitar a adesão celular ou reduzir a formação de biofilmes. As análises morfológicas confirmaram a influência dos parâmetros de processo na formação da camada cerâmica de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , possibilitando a obtenção de superfícies com características controladas. Os resultados reforçam o potencial do nióbio anodizado como biomaterial, com possibilidade de personalização para diferentes aplicações, como implantes ortopédicos, odontológicos e sistemas de liberação controlada de fármacos. Este estudo contribui para o avanço no desenvolvimento de superfícies biofuncionais, evidenciando a importância do controle preciso dos parâmetros de anodização a plasma para otimizar o desempenho de biomateriais metálicos.

**Palavras-chave:** Anodização a plasma eletrolítico; Nióbio; Biomateriais; Método de Taguchi; Molhabilidade.

GONÇALVES, R. S. **Application of the taguchi method in the evaluation and characterization of the surface properties of niobium modified by plasma electrolytic oxidation.** 2025. Dissertation (Professional Master's in Materials Science) – Fundação Oswaldo Aranha, Centro Universitário de Volta Redonda, Volta Redonda, 2025.

## ABSTRACT

In recent years, the pursuit of biomaterials with improved biological performance and corrosion resistance has driven the development of new surface modification technologies for metals. Niobium has emerged as a promising alternative due to its biocompatibility, excellent corrosion resistance, and elastic modulus close to that of human bone tissue. Among the emerging surface treatment methods, Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) has proven effective in forming functional ceramic coatings on metals, significantly enhancing their physicochemical and morphological properties. The present study investigated the PEO process applied to metallic niobium, aiming at the development of functionalized surfaces for biomedical applications. The Taguchi method was employed for experimental planning using an  $L_9$  ( $3^3$ ) orthogonal array, allowing for the evaluation of three main parameters: electrolyte concentration, applied voltage, and anodization time. Nine samples were obtained and characterized in terms of wettability (contact angle), surface roughness, and morphology, using techniques such as Scanning Electron Microscopy (SEM). The results indicated that the anodizing conditions directly affect surface properties, with emphasis on the sample from Experiment 2, which exhibited the highest surface roughness ( $11.53 \mu\text{m}$ ) and the lowest contact angle ( $19.06^\circ$ ), demonstrating high hydrophilicity and porous morphology, favorable characteristics for cell adhesion and osseointegration and the sample from Experiment 7, with the lowest surface roughness ( $0.89 \mu\text{m}$ ) and the highest contact angle ( $47.50^\circ$ ), presented a smoother and more hydrophobic surface, suitable for applications where reduced cell adhesion or lower biofilm formation is desired. The morphological analyses confirmed the influence of process parameters on the formation of the  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  ceramic layer, enabling the production of surfaces with controlled characteristics. The results reinforce the potential of anodized niobium as a biomaterial, with the possibility of customization for different applications, such as orthopedic implants, dental components, and drug delivery systems. This study contributes to the advancement of biofunctional surface development, highlighting the importance of precise control of plasma anodizing parameters to optimize the performance of metallic biomaterials.

**Keywords:** Plasma electrolytic oxidation; Niobium; Biomaterials; Taguchi method; Wettability.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Minério de nióbio .....	23
Figura 2: Transformações de fases do pentóxido de nióbio em relação a alteração de temperatura. ....	26
Figura 3: Ilustração do ângulo de contato para uma gota de líquido sobre uma superfície sólida. ....	32
Figura 4: Forças atuantes no centro e na superfície do material.....	33
Figura 5: Dependência de várias reações com a energia de superfície.....	34
Figura 6: Diagrama do aparato experimental. ....	38
Figura 7: Imagem do Goniômetro Rame-hart modelo 300 e representação da imagem capturada para avaliação. ....	38
Figura 8: Rugosímetro Mitutoyo SJ-301. ....	39
Figura 9: Microscópio Eletrônico de Varredura .....	40
Figura 10: Imagens de MEV da amostra anodizada do experimento 2.....	49
Figura 11: Imagens de MEV da amostra anodizada do experimento 7.....	50
Figura 12: Gráfico dos efeitos na razão sinal ruído das repostas do ângulo de contato. ....	53
Figura 13: Gráfico dos efeitos na razão sinal ruído das repostas do ângulo de contato. ....	54
Figura 14: Gráfico dos efeitos das repostas média da Rugosidade. ....	55
Figura 15: Gráfico dos efeitos na razão sinal ruído das repostas média da Rugosidade. ....	56

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Matriz de Experimentos de Taguchi .....	36
Tabela 2: Arranjo Ortogonal de Taguchi L <sub>9</sub> .....	37
Tabela 3: Ângulos de contato encontrados nas amostras anodizadas. ....	42
Tabela 4: Resultados de rugosidade superficial encontrados nas amostras anodizadas. ....	43
Tabela 5: Resultados experimentais obtidos para o ângulo de contato e a rugosidade superficial das amostras de nióbio anodizadas conforme a matriz L <sub>9</sub> do método de Taguchi. ....	52

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1: Propriedades do Nióbio.....	21
Quadro 2: Propriedades mecânicas do Nióbio.....	22

## LISTA DE EQUAÇÕES

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

<b>DOE</b>	<b>Planejamento de experimentos</b>
<b>DRX</b>	<b>Difração de Raios-X</b>
<b>EDS</b>	<b>Espectroscopia de Energia Dispersiva</b>
<b>EEL/USP</b>	<b>Escola de Engenharia de Lorena</b>
<b>EPO</b>	<b>Oxidação Eletrolítica de Plasma</b>
<b>HV</b>	<b>Dureza Vickers</b>
<b>IUPAC</b>	<b>International Union of Pure and Applied Chemistry</b>
<b>Lab-TSM</b>	<b>Laboratório de Tecnologia de Superfície em Materiais</b>
<b>MEV</b>	<b>Microscopia Eletrônica de Varredura</b>
<b>MPa</b>	<b>Mega Pascal</b>
<b>SFC</b>	<b>Simulação do fluido corpóreo</b>
<b>UNESP</b>	<b>Universidade Estadual Paulista</b>
<b>USP</b>	<b>Universidade de São Paulo</b>

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO .....	18
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS .....	18
1.2 OBJETIVOS.....	18
1.2.1 OBJETIVO GERAL.....	18
1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	18
1.3 JUSTIFICATIVA.....	19
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	20
2.1 NIÓBIO .....	20
2.2 BIOMATERIAIS .....	23
2.3 ÓXIDO DE NIÓBIO (NB <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ).....	25
2.4 BIOCMPATIBILIDADE E BIOATIVIDADE – NIÓBIO .....	27
2.5 ANODIZAÇÃO A PLASMA .....	29
2.6 RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO NIÓBIO.....	29
2.7 MÉTODO DE TAGUCHI .....	30
2.8 ÂNGULO DE CONTATO E ENERGIA DE SUPERFÍCIE .....	31
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	35
3.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL .....	35
3.1.1 DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS.....	35
3.1.2 ARRANJO ORTOGONAL.....	36
3.2 ANODIZAÇÃO POR PLASMA ELETROLÍTICO – EPO.....	37
3.3 DETERMINAÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO .....	38
3.4 DETERMINAÇÃO DA RUGOSIDADE SUPERFICIAL.....	39
3.5 ANÁLISES DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	40
3.6 ANÁLISES ESTATÍSTICAS.....	40
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	41
4.1 ANÁLISES DOS ÂNGULOS DE CONTATO.....	41
4.2 ANÁLISES DA RUGOSIDADE SUPERFICIAL.....	42
4.3 ANÁLISE DOS RESULTADOS DE RUGOSIDADE SUPERFICIAL E CORRELAÇÃO COM O ÂNGULO DE CONTATO .....	44
4.3 RESULTADOS DAS ANÁLISES DE MEV .....	46
4.4 ANÁLISE EXPERIMENTAL E ESTRATÉGIA METODOLÓGICA.....	51
5 CONCLUSÕES .....	57
6 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS:.....	59
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	60

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

O uso da tecnologia de plasma proporcionou um avanço na engenharia de superfície, especialmente quando o objetivo é a proteção do material, da hidrofobicidade, da morfologia superficial (rugosidade), através da modificação da superfície. Por essa razão hoje é possível encontrar a aplicação do plasma em diversas áreas da indústria, como eletrônica, aeroespacial, metalurgia, biomedicina, etc. Os estudos iniciais relacionados ao nióbio e suas ligas apresentam propriedades promissoras quando utilizados como biomateriais, apresentando características inertes e bioinertes proporcionando maior estabilidade química quando comparados a outros metais, além de outras áreas de aplicações, como a fotovoltaica e eletrônica.

Na busca da realização de um planejamento de experimento de forma de racionalizar, organizar e reduzir o tempo e custos desta pesquisa, será lançado mão da aplicação da ferramenta de planejamento de experimentos - DOE, empregando o método de Taguchi, utilizando uma matriz L<sub>9</sub>.

## 1.2 OBJETIVOS

### 1.2.1 OBJETIVO GERAL

Obter uma camada de óxido de nióbio, e estudar as propriedades destes revestimentos obtidos por Oxidação Eletrolítica a Plasma avaliando as propriedades mecânicas, químicas, morfológicas da superfície modificada.

### 1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 1) Aplicação de planejamento de experimento DOE para realização dos experimentos;
- 2) Preparação das amostras;

- 3) Preparação das soluções eletrolíticas, utilizando como meio eletrolítico o Fluoreto de amônio e água deionizada; e solução a base de ácido fosfórico
- 4) Identificar a influência dos parâmetros operacionais do processo utilizando o DOE;
- 5) Avaliar as propriedades do revestimento por Medida de Ângulo de Contato, Medida de Rugosidade e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

### 1.3 JUSTIFICATIVA

Esse estudo se justifica pela avaliação do nióbio e suas ligas por apresentar módulo de elasticidade mais próximo do tecido ósseo quando comparados a outros metais comumente utilizados como implantes. Os revestimentos de  $Nb_2O_5$  podem tornar viáveis os materiais utilizados como base para o crescimento destes revestimentos, tornando-os biocompatíveis ósseo integrados.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 NIÓBIO

O nióbio foi descoberto no ano de 1801 por Charles Hatchett no mineral columbita em Connecticut e foi enviado para Inglaterra, sendo chamado de columbio. Hatchett uniu carbonato de potássio com o mineral e aqueceu, após aquecimento, foi dissolvido em água e a solução foi neutralizada com ácido, precipitando um óxido. Logo, Hatchett deduziu que havia um novo metal junto com o óxido (BELÉM, 2019).

Assim como o tântalo, que foi descoberto por Ekeberg em 1802 na Suécia, os dois elementos ocorrem juntos na natureza, com separação complexa e muito parecidos quimicamente por isso foram confundidos por um tempo. Heinrich Rose e Jean Charles Galissard de Marignac erradicaram essa confusão dos elementos em 1846. Eles estudaram o mineral columbita e ao observar dois elementos sendo um deles o tântalo, descoberto por Ekeberg, e o outro deram o nome de Nióbio que antes era columbio. Porém apenas em 1864 que Blomstrand separou o nióbio por meio de redução do cloreto de nióbio com aquecimento em atmosfera de hidrogênio. O nome nióbio foi oficializado apenas em 1950 pela IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry).

O nióbio é obtido na natureza e há aproximadamente 90 espécies deste mineral, de acordo com Pereira Jr. (2009), mas os mais comuns utilizados como matéria prima na obtenção do nióbio são os tantalita com menor percentual de nióbio  $(\text{Fe,Mn})\text{Ta}_2\text{O}_6$ , columbita com até 76% de nióbio  $(\text{Nb}_2\text{O}_5)$  e pirocloro  $(\text{Ca,Na})_2(\text{Nb,Ti,Ta})_2\text{O}_6(\text{OH,F,O})$ , com até 71% de  $\text{Nb}_5\text{O}_5$ . Cerca de 90% do nióbio encontrado no mundo está no Brasil, logo em seguida tem o Canadá, Austrália, Nigéria e Congo (CERNIAK, 2011).

O nióbio tem ampla aplicabilidade em diversas áreas tecnológicas. Antigamente era utilizado para produzir ferramentas de aço, no ano de 1925 (CERNIAK, 2011) substituindo o tungstênio. Na década de 30, foi utilizado como preventivo a corrosão intergranular de aços inoxidáveis.

Este metal tem propriedades físicas e químicas variáveis de acordo com a pureza do metal, essencialmente com relação a existência de elementos intersticiais, tais como hidrogênio, oxigênio, nitrogênio e carbono (MOTTA, 2011). Os quadros 1 e 2 demonstram as propriedades físicas e mecânicas do nióbio.

Quadro 1: Propriedades do Nióbio.

Massa Atômica (u)	92,9064
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	8,57
Ponto de fusão (°C)	2468
Ponto de Ebulição (°C)	4927
Coefficiente de expansão térmica (10 <sup>-5</sup> °C)	0,73
Calor específico (J/Kg°C)	265
Condutividade térmica (W/m°C)	53,7
Estrutura Cristalina	CCC
Tensão de tração (MPa)	275
Tensão de escoamento (MPa)	207
Alongamento (%)	15

Fonte: MOTTA (2011).

Quadro 2: Propriedades mecânicas do Nióbio.

Recozido	Limite de resistência	195 MPa
	Tensão de escoamento	105 MPa
	Alongamento	30%
	Redução de área	90%
Trabalhado a frio	Limite de resistência	585 MPa
	Alongamento	5%
Dureza	Recozido	60 HV
	Trabalho a frio	150 HV
Módulo de Elasticidade	Tração	103
	Cisalhamento	37,5
Temperatura de Recristalização		1073-1373 K

Fonte: MOTTA (2011).

O nióbio é muito usado em microligas, por meio de ferronióbio (FeNb). Estas microligas apresentam uma pequena porção de nióbio com as ligas de aço carbono comuns. Esta adição de nióbio tem por finalidade melhorar tenacidade, resistência mecânica, conformabilidade e soldabilidade, tendo uma grande variedade de aplicações, tais como: em indústrias de petróleo e gás no transporte de produtos em tubulações de alta pressão, o que exige uma boa resistência mecânica e tenacidade; utilizados também na indústria automotiva na fabricação de chassis de caminhões, em estruturas e componentes de motores, nas rodas e etc, pois todos necessitam de boa conformabilidade e soldabilidade; O nióbio também é utilizado na indústria aeronáutica juntamente com superligas nas turbinas dos aviões com aproximadamente 10% de nióbio na forma de óxido (CERNIAK, 2011).

Mesmo com diversas aplicações, atualmente o nióbio vem sendo utilizado como biomaterial, tendo a finalidade de substituir tecidos que estão doentes ou danificados, tais como vértebras, juntas, dentes e etc. Sendo que antigamente estes tecidos deviam ser removidos, pois não havia alternativas.

Em aplicações industriais, a maioria dos produtos de nióbio são em ferronióbio, pentóxido de nióbio, ligas de grau vácuo e o nióbio metálico. Sendo a maior parte utilizada na forma de ferronióbio. Porém as ligas de nióbio estão atraindo a atenção dos pesquisadores para utilizações em sistemas de materiais refratários, atingindo a capacidade de aguentar elevadas temperaturas, apresentando maior resistência térmica do que as superligas em níquel. Entretanto quando aplicadas as ligas de

nióbio em temperaturas muito altas, ela apresenta baixa resistência à oxidação, limitando sua utilização (BELÉM, 2019).

O nióbio é representado por sua alta energia e afinidade de ligação ao oxigênio, tendo capacidade de formar uma película de óxido, na superfície do material, com baixa dissolução, sem porosidade e estável, contendo espessura nanométrica, garantindo alta resistência à corrosão e desgaste em vários meios com impurezas oxidantes (BELÉM, 2019).

Portanto, propriedades de resistência e biocompatibilidade estão relacionadas diretamente às camadas protetoras de óxido que podem ser obtidas sobre o nióbio quando é exposto a meios contendo oxigênio (BELÉM, 2019). Na Figura 1 está apresentado uma amostra de nióbio.

Figura 1: Minério de nióbio



Fonte: CERNIAK (2011).

## 2.2 BIOMATERIAIS

Biomaterial é qualquer substância natural ou não, diferentes de fármaco ou drogas, usadas na biomedicina e que se relacionam com os sistemas biológicos, que aumentam, tratam ou substituem qualquer órgão, tecido ou função do corpo. (GIL; FERREIRA, 2006).

Na determinação de qual material utilizar, deve-se analisar diversos requisitos, como a velocidade da degradação do material, biodegradabilidade e a biocompatibilidade (efeito do organismo no material e vice-versa). Estes são os requisitos mais desafiadores para a determinação de qual biomaterial escolher (CERNIAK, 2011).

Mesmo com a melhoria da qualidade de vida das pessoas proporcionada com a implantação dos biomateriais, há sempre a necessidade de desenvolver mais tecnologias e novos materiais, podendo ser de bases cerâmicas, metálicas ou poliméricas, desde a caracterização até mesmo o teste clínico (PATARRO, 2005).

As principais propriedades envolvendo biomateriais que são: biodegradabilidade, biocompatibilidade e tempo de degradação, influencia na interação com o organismo no local implantado, logo que: não exista uma inflamação tóxica ou sustentada na implantação; o período de degradação do material disponha do processo de cura do sítio danificado ou regeneração; o material contenha as propriedades mecânicas que sejam compatíveis com o processo de regeneração ou restabelecimento do sítio de acordo com cada aplicação; e que a degradação não forme produtos tóxicos que sejam metabolizados e liberados pelo corpo facilmente (CAO e WANG, 2009).

Tendo em vista o desenvolvimento evolutivo dos biomateriais, os conceitos de biodegradabilidade e biocompatibilidade fazem parte da segunda geração dos biomateriais. A primeira geração, teve o desenvolvimento de materiais bioinertes, onde o foco para sua evolução era não incitar reação de corpo estranho no organismo. E a terceira geração engloba, também, materiais com capacidade de estimular respostas celulares em nível molecular. As interpretações destas gerações são de forma conceitual e não cronológica, tendo em vista que a evolução de cada uma delas foram de acordo com as exigências e necessidades que foram surgindo (LEAL, 2012).

Desta forma, os biomateriais são aplicados com o intuito de interação com sistemas biológicos. Tanto que são aplicados na medicina e odontologia, por exemplo em vários tipos de preenchimento e estabilização óssea (LEAL, 2012).

Em geral, estes materiais não devem incitar resposta inflamatória no hospedeiro com obrigatoriedade de se assemelhar quimicamente ao mesmo. As

principais características associadas a um material com objetivo de substituição de um tecido ósseo são a capacidade do material implantado em promover íons até o ambiente vizinho e a porosidade. Estas características são exclusivamente encontradas nas biocerâmicas (LEAL, 2012).

Um dos maiores desafios é a obtenção de biomateriais que troquem temporariamente o tecido até que ele se regenere. Os materiais mais indicados para esta função são os biodegradáveis que devem estimular o crescimento do tecido, assim como obter uma cinética de degradação das propriedades mecânicas semelhantes com a cinética do reparo do tecido. Logo, o implante será sendo substituído pelo novo tecido progressivamente (LEAL, 2012).

### 2.3 ÓXIDO DE NIÓBIO ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ )

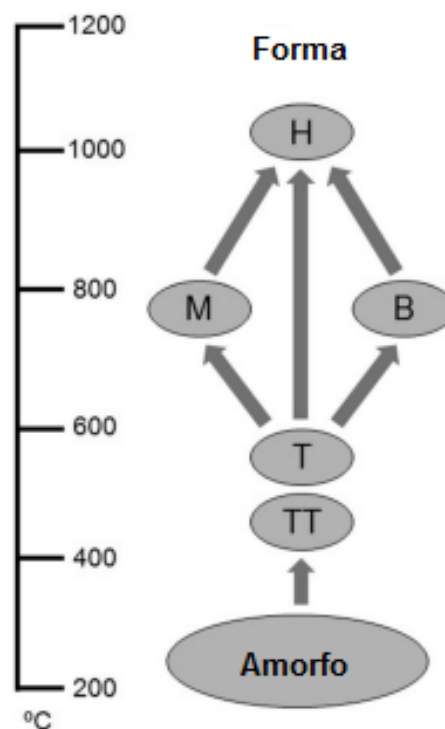
O Brasil é um dos principais produtores de óxido de nióbio com grande representação da produção total (NOWAK e ZIOLEK, 1999). São encontrados nas jazidas distribuídas em Araxás e Taipira em Minas Gerais, Catalão e Ouvidor em Goiás e São Gabriel da Cachoeira no Amazonas. O óxido apresenta a coloração branca e no estado sólido. Ele é insolúvel em água, é estável e inerte. O  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  tem característica anfotérica que significa que em meio básico ele se comporta como ácido e em meio ácido se comporta como básico. É utilizado em processos de hidratação, desidratação, esterificação, condensação, hidrólise e em reações de oxidação, que neste caso de reações, ele é usado puro ou como promotor e suporte (AZEVEDO, 2010).

O pentóxido de nióbio tem uma excelente resistência à corrosão em meios básicos e ácidos. Possui estabilidade termodinâmica na presença de água, soluções neutras e alcalinas, ácidos não complexantes, sendo capaz de ser atacado com ácido fluorídrico concentrado obtendo-se complexos oxifluorados ou fluorados. É o óxido mais estável, é sólido, inodoro e insolúvel, sendo estável até 1750 °C.

As propriedades físicas do pentóxido de nióbio, como material polimorfo, variam da obtenção das fases cristalinas, sendo monoclinica (H), tetragonal (M), ortorrômbica (T) e pseudo-hexagonal (TT), que são as mais comuns. A fase cristalina monoclinica

tem maior estabilidade térmica, enquanto a fase pseudohexagonal é metaestável, tendo potencial para ser transformada para monoclinica através de tratamento termico recomendado (>1000 °C), de acordo com a figura a seguir (BELÉM, 2019). A figura 2 demonstra as transformações de fases do pentóxido de nióbio.

Figura 2: Transformações de fases do pentóxido de nióbio em relação a alteração de temperatura.



Fonte: BELÉM (2019).

Por ter propriedades ópticas e eletrônicas, o  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  tem sido muito estudado com aplicação em sensores de gases, dispositivos eletrocromicos, catalisadores, células solares e sistemas de vidro. Aliás, o óxido de nióbio contém alta biocompatibilidade, estabilidade termodinâmica e resistência ao desgaste, aumentando o leque de aplicações dentro da engenharia levando para a utilização em aplicações ortopédicas (BELÉM, 2019).

O revestimento de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  foi utilizado em aplicações biomédicas com o intuito de substituir os materiais metálicos que apresentam limitações de aplicações devido a susceptibilidade ao desgaste e corrosão. Nos estudos de Amaravathy *et al.* (2014)

observou-se que o pentóxido de nióbio sobre o magnésio apresentou boa biocompatibilidade, auxiliando a formação de hidroxiapatita enquanto protege a superfície, reduzindo drasticamente a taxa de desgaste e corrosão (BELÉM, 2019).

Nas pesquisas de Silva *et al.* (2015) foi utilizado o óxido em odontologia. Foram observadas as propriedades físico-químicas e biológicas do pentóxido como agente radiopacificador (propriedade importante para diferenciação do material e de estruturas anatômicas adjacentes, tais como osso e tecido dentário) em materiais com base de silicato de cálcio. Como conclusão, o material foi biocompatível, demonstrando propriedades necessárias à utilização como agente radiopacificante e maior tempo de endurecimento, quando comparado com o agragado trióxido mineral (MTA) juntamente ao óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), que é muito utilizado na odontologia (BELÉM, 2019)

Este óxido também foi utilizado no desenvolvimento de dispositivos fundamentados em baterias de lítio e supercapacitores, com a intenção de armazenar energia sustentável e com estabilidade a longo prazo, de acordo com as restrições ambientais. Por ter baixa condutividade elétrica, diversas das aplicações do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , são focadas nas baterias de lítio de baixa voltagem, contendo poucas aplicações em supercapacitores (BELÉM, 2019).

Desta forma, o pentóxido de nióbio é bastante recomendado para aplicações que necessitam de proteção contra corrosão nos metais, pois apresenta elevada resistência a corrosão, sem alterar características como tenacidade ou ductilidade do aço. Logo é uma opção na redução de custos na proteção dos equipamentos industriais e em implantes metálicos através de aplicações de revestimentos (BELÉM, 2019).

#### 2.4 BIOCAMPATIBILIDADE E BIOATIVIDADE – NIÓBIO

A biocompatibilidade é um termo que engloba diversos aspectos do material, desde as propriedades mecânicas, químicas e físicas até o potencial alergênico, mutagênico e citotóxico, não causando efeitos tóxicos ou injúrias na função biológicas (MOLIN, 2016).

Os biomateriais para implantes são julgados por sua biocompatibilidade, sendo eles bioinertes, bioativos e biotolerantes. Os biotolerantes são os que não são rejeitados quando implantados em tecidos vivos, porém são envolvidos por tecido conjuntivo fibroso em forma de cápsulas. Já os bioinertes são os materiais que permitem formação de osso na superfície do material, formando a osteogênese de contato. Por fim os bioativos, eles também permitem a formação ossea na superfície, mas através de trocas iônicas, formando uma interface com ligação química com o material. Implantes metálicos bioativos e bioinertes também são conhecidos por osteocondutores, o que significa que ambos podem atuar com formação ossea em sua superfície (MOLIN, 2016).

A biocompatibilidade é evidenciada pelo comportamento celular quando em contato com a superfície do material e pela adesão celular. O espalhamento e a adesão pertencem ao início da interação celular/material, a qualidade dessa interação influenciará a aptidão celular de proliferar e diferenciar em constante contato com o implante. O contato entre o meio biológico com os biomateriais deve possibilitar ao organismo condições apropriadas de biocompatibilidade e biofuncionalidade. É fundamental que os eventos biomoleculares e celulares que acontecem durante a osteogênese manifestem condições de rápido reparo, auxiliando o desenvolvimento de novos sistemas de implante e compreensão da biologia óssea (MOLIN, 2016).

O nióbio é um metal hipoalérgico e com grande resistência a corrosão, biocompatível e estável termodinamicamente. Ele apresenta excelente compatibilidade, analisando-se a proliferação e adesão de osteoblastos, com características de bioatividade nas superfícies recobertas com boa taxa de adesão e alta taxa de proliferação celular.

A principal característica para o material ter uma boa integração óssea é a bioatividade. Ela é avaliada por meio de simulação do fluido corpóreo (SFC), com formação ou não de camada de hidroxiapatita. O SFC é uma solução semelhante ao plasma sanguíneo humano, com íons inorgânicos concentrados muito parecidos.

A hidroxiapatita é uma biocerâmica (fosfato de cálcio) muito semelhante fisicamente, estruturalmente e quimicamente ao tecido ósseo. Desta forma, ela garante a biocompatibilidade, osteocondutibilidade (promove a formação de cartilagem e logo após ossificação), osteoindutibilidade (estimula atividade

osteoblástica do tecido ósseo adjacente) e quanto usadas em implantes, promove uma cicatrização mais rápida.

## 2.5 ANODIZAÇÃO A PLASMA

A anodização faz com que a superfície do metal reaja com o meio gerando uma camada de óxido, causado pela passagem de corrente elétrica. Este óxido gerado tem característica de proteção. É uma técnica muito utilizada em processos industriais com intuito de obter bioatividade e biocompatibilidade nos metais. Com esta técnica é possível gerar diversos tipos de morfologias, possibilitando a incorporação de íons contidos no eletrólito.

Este método pode ser conduzido de duas formas diferentes. A anodização convencional ocorre quando é criada uma barreira de óxido compacta. A outra forma é diferenciada através do aumento da tensão que excede o limite do potencial de ruptura dielétrica da barreira do óxido.

Em nióbio o processo produz filmes com alta constante dielétrica e alta tensão de ruptura dielétrica. São estruturas de óxidos com baixa cristalinidade obtidas em baixas tensões. Normalmente, observa-se alguns dados quando realizada anodização convencional, são eles: Verificou-se que a taxa de crescimento do óxido aumenta com a alta da concentração do ácido e regride com elevação da temperatura, isto ocorre por causa de diferentes tensões elétricas e concentrações do eletrólito; o processo de dissolução do óxido é acelerado quando a temperatura e a concentração aumentam; com densidade de corrente constante obtém-se aumento da concentração do ácido e aumento da taxa de resistividade devido à incorporação maior dos íons nas soluções mais concentradas ou maior taxa de crescimento do filme anódico.

## 2.6 RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO NIÓBIO

A resistência a corrosão é muito importante para biomateriais, neste caso pode ser chamado de deterioração do material, em geral metálico, com ação química ou eletroquímica do meio ambiente ou esforços mecânicos.

O nióbio tem resistência a corrosão em diversos meios básicos e ácidos, com resistência a muitos ácidos orgânicos e minerais em todas concentrações com temperaturas abaixo de 100°C, com exceção do fluorídrico. Ele apresenta boa resistência a oxidantes, é muito resistente ao ácido nítrico e tem boa resistência ao ácido fosfórico. Em altas temperaturas com concentrações acima de 40% de ácido sulfúrico, o nióbio apresenta baixa resistência.

Para aplicações médicas e odontológicas o nióbio é utilizado em instrumentos cirúrgicos, implantes e restaurações. Desta forma, na odontologia, o material deve ter resistência a corrosão da saliva devido alimentos com pH básico ou ácido.

## 2.7 MÉTODO DE TAGUCHI

O Método de Taguchi, desenvolvido pelo engenheiro japonês Genichi Taguchi, é uma abordagem estatística voltada para a melhoria da qualidade de processos e produtos. Seu principal objetivo é minimizar a variabilidade do processo e aumentar a robustez do sistema frente a fatores externos de perturbação (MONTGOMERY, 2017). Esse método utiliza um conjunto específico de experimentos planejados, denominados "design de experimentos" (DOE - Design of Experiments), e emprega o conceito de Função Perda de Taguchi para avaliar a qualidade do produto final (PHADKE, 1989).

A abordagem de Taguchi enfatiza a importância do projeto robusto, onde os parâmetros do processo são otimizados para reduzir a sensibilidade às variações externas. O método se baseia na utilização de matrizes ortogonais para planejar experimentos e analisar a influência de fatores de controle sobre a resposta desejada (ROSS, 1996). Dessa forma, é possível determinar quais variáveis exercem maior impacto no desempenho do processo e definir níveis ótimos de operação.

Além disso, a metodologia de Taguchi utiliza o conceito de Razão Sinal-Ruído, uma métrica estatística que permite avaliar a estabilidade do processo. Essa razão pode ser classificada em três tipos principais: "menor é melhor", "maior é melhor" e "nominal é melhor", dependendo da característica de qualidade em análise (TAGUCHI; CHOWDHURY; WU, 2005).

O Método de Taguchi tem sido amplamente utilizado em diversas áreas da engenharia e manufatura, incluindo a indústria automotiva, eletrônica, química e biomédica. Empresas como Toyota e Ford adotaram essa metodologia para aprimorar seus processos produtivos e reduzir custos de não conformidade (MONTGOMERY, 2017). No setor biomédico, por exemplo, o método tem sido aplicado para otimização de processos de fabricação de próteses e dispositivos médicos, garantindo maior confiabilidade e qualidade dos produtos (PHADKE, 1989).

Adicionalmente, pesquisadores têm explorado a combinação do Método de Taguchi com outras ferramentas estatísticas, como redes neurais e algoritmos genéticos, para otimização avançada de processos complexos (ROSS, 1996).

O Método de Taguchi é uma ferramenta poderosa para o aprimoramento da qualidade em processos industriais e de engenharia. Sua abordagem baseada em planejamento experimental e análise de robustez proporciona maior controle sobre a variabilidade dos sistemas, resultando em produtos mais confiáveis e eficientes. A ampla aplicação desse método em diversos setores demonstra sua relevância e efetividade na busca pela excelência operacional.

## 2.8 ÂNGULO DE CONTATO E ENERGIA DE SUPERFÍCIE

A molhabilidade da superfície é um dos parâmetros que mais afetam a resposta biológica ao biomaterial implantado, interferindo a adsorção de proteínas, a adesão/ativação de plaquetas, a coagulação do sangue e a adesão celular (LEWANDOWSKA et al., 2015).

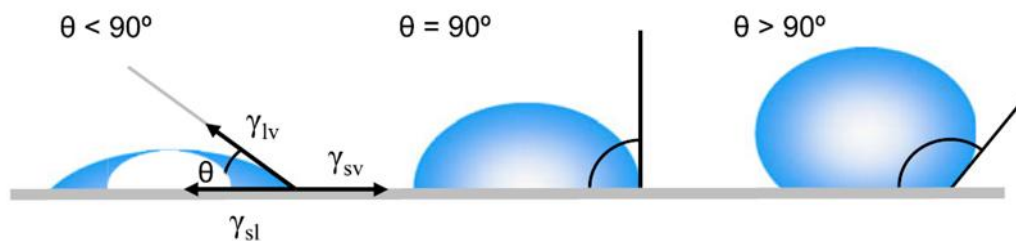
Por conceito de molhabilidade, tem-se a capacidade de adesão de um líquido em relação à superfície de um material, sendo a medição do ângulo de contato um dos estudos mais rápidos e confiáveis que nos dá informação acerca deste parâmetro, indicando o grau de umedecimento quando interagem um sólido e líquido.

O estudo da interação molecular entre dois fluídos (por exemplo, líquido e vapor) e uma superfície é feito pela medida do chamado ângulo de contato ( $\Theta$ ), definido como o ângulo entre um plano tangente a uma gota do líquido e um plano contendo a superfície aonde a gota é depositada. Ângulos de contato pequenos

(< 90°) correspondem com alta molhabilidade, enquanto os ângulos de contato grandes (> 90°) correspondem com baixa molhabilidade.

A figura 3 mostra o procedimento de medição deste ângulo e os parâmetros que são usados na determinação das energias interfaciais presentes entre as três fases (sólido, líquido e vapor).

Figura 3: Ilustração do ângulo de contato para uma gota de líquido sobre uma superfície sólida.



Fonte: (FRANZINI, 2015)

Na figura 3,  $\gamma_{sv}$ ,  $\gamma_{LV}$  e  $\gamma_{SL}$  são a energia de superfície do sólido, a tensão superficial do líquido em equilíbrio com o vapor e a energia da interface sólido – líquido, respectivamente.

O contato entre um líquido puro e um sólido, que expressa à condição de equilíbrio da interface:

$$\gamma_{LV} \cos \Theta = \gamma_{sv} - \gamma_{SL} \quad (1)$$

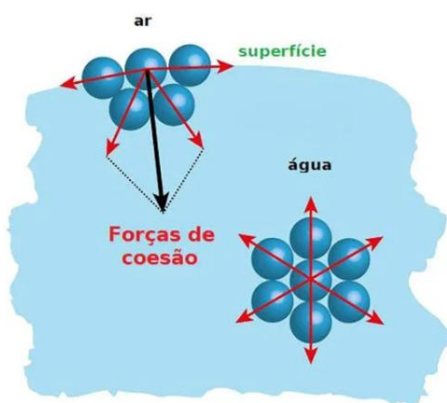
A energia de superfície pode ser definida como sendo a soma das contribuições dispersiva ( $\gamma_d$ ) e polar ( $\gamma_p$ ), como indicado pela equação a seguir:

$$\gamma = \gamma_d + \gamma_p \quad (2)$$

A superfície da gota tende a tomar forma esférica, que apresenta menor relação superfície/volume, ou seja, um mesmo volume, mas com menor área superficial, de maneira que um mínimo de moléculas permaneça na superfície. A tensão superficial é o trabalho necessário para quebrar essa estrutura (FERNANDES, 2007).

Átomos e moléculas de líquido podem mover-se livremente, buscando ocupar a posição de menor energia potencial, aonde as forças repulsivas e atrativas agindo em todas as direções estejam em equilíbrio. Porém, as partículas superficiais do material sofrem apenas forças direcionadas para o centro do líquido, tornando as regiões superficiais mais energéticas (figura 4).

Figura 4: Forças atuantes no centro e na superfície do material.



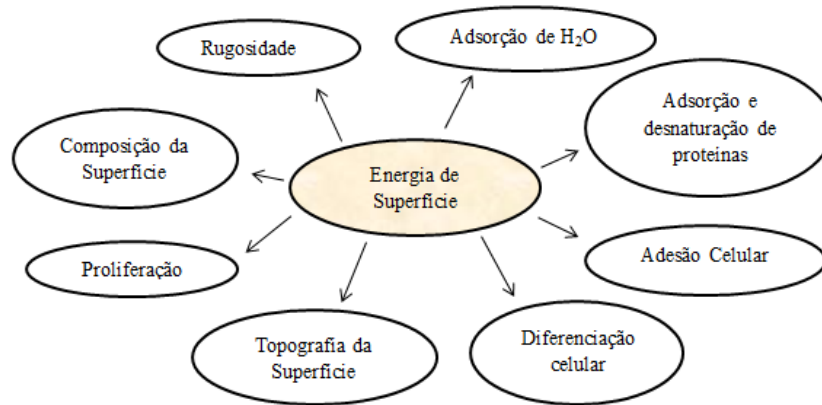
Fonte: Escola educação, 2020. <https://escolaeducacao.com.br/propriedades-da-agua/>. Acesso em: 07/06/2025.

A diferença entre as energias das partículas na superfície e no interior do material é denominada energia de superfície ou tensão interfacial, uma das propriedades superficiais mais importantes, normalmente avaliada através do ângulo de contato segundo a equação:

$$\gamma_{LV}(1 + \cos\theta) = 2(\gamma_S^d \gamma_{LV}^d)^{1/2} + 2(\gamma_S^p \gamma_{LV}^p)^{1/2} \quad (3)$$

Esse é um parâmetro crucial nas reações interfaciais biomaterial/células ou tecidos biológicos. A dependência das interações celulares sobre a energia de superfície é ditada pelas várias propriedades de superfície como é mostrado na figura 5. Ainda assim, a influência da energia de superfície sobre os processos de diferenciação celular, produção da matriz celular e calcificação não é bem compreendida (ESCADA, 2012).

Figura 5: Dependência de várias reações com a energia de superfície.



Fonte: Adaptado de GEETHA et al., 2009.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Neste trabalho foi utilizada uma matriz otimizada de experimentos obtida por meio da aplicação da metodologia de Taguchi, objetivando a análise de algumas propriedades obtidas pela formação das camadas de óxido na superfície das amostras de Nióbio.

A definição dos parâmetros e a primeira parte da experimentação, ou seja, a escolha dos fatores, assim como seus respectivos níveis e variáveis respostas do processamento. Em seguida, foi preciso definir o arranjo ortogonal mais adequado para as condições já estabelecidas, e com isso, promover a realização dos tratamentos superficiais à plasma.

##### 3.1.1 DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS

A definição dos parâmetros para a realização dos ensaios foi estabelecida, principalmente, em relação as informações de estudos já realizados pela comunidade científica, por meio da consulta de periódicos. Também foi levada em conta a experiência do Professor Jorge Luiz Rosa – co-orientador da pesquisa – que possui uma elevada experiência com estudos eletroquímicos e tratamentos de superfícies desenvolvidos na Escola de Engenharia de Lorena (EEL/USP).

Após o estudo realizado, foram selecionados três fatores: (A) Concentração da solução de  $H_3PO_4$ , (B) Tensão e (C) Tempo.

As variáveis respostas definidas foram: (R1) Ângulo de Contato e (R2) Rugosidade.

A Tabela 1 apresenta os fatores de entrada do processo e seus respectivos níveis.

Tabela 1: Matriz de Experimentos de Taguchi

Fatores	Níveis	BAIXO	MÉDIO	ALTO
		1	2	3
A: Concentração do H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> (%)		10%	20%	30%
B: Tensão (Volts)		200	215	230
C: Tempo (Minutos)		5	10	15

Fonte: o autor (2025)

### 3.1.2 ARRANJO ORTOGONAL

Com os parâmetros definidos, foi realizada a escolha do melhor arranjo de Taguchi, considerando a quantidade de fatores e de seus níveis, com a intenção de analisar possíveis interações. Foi selecionado o arranjo ortogonal de Taguchi L<sub>9</sub>. Com este arranjo é possível analisar até quatro fatores com três níveis (alto, médio e baixo), sendo que esta configuração proporciona um número suficiente de ensaios para analisar a influência dos fatores.

A Tabela 2 apresenta o arranjo ortogonal de Taguchi L<sub>9</sub>. Cabe ressaltar que, os experimentos foram realizados aleatoriamente, com o objeto de se evitar possíveis erros sistemáticos.

Tabela 2: Arranjo Ortogonal de Taguchi L<sub>9</sub>

Experimentos	Níveis		
	A	B	C
1	1	1	1
2	1	2	2
3	1	3	3
4	2	1	2
5	2	2	3
6	2	3	1
7	3	1	3
8	3	2	1
9	3	3	2

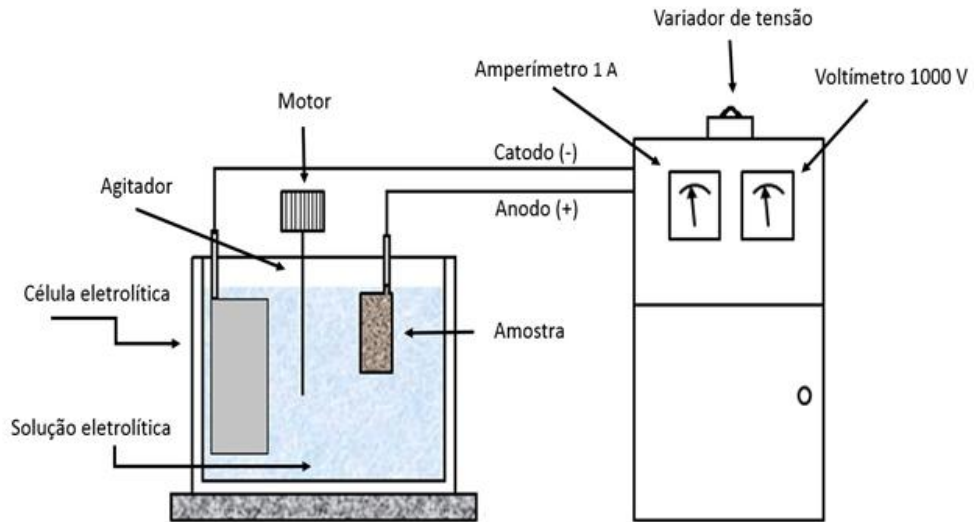
Fonte: o autor (2025)

### 3.2 ANODIZAÇÃO POR PLASMA ELETROLÍTICO – EPO

Para a realização dos experimentos por plasma eletrolítico, foram utilizadas amostras de nióbio metálico medindo 20 x 10 x 1 mm. As amostras de nióbio foram cedidas pelo Prof. Dr. Jorge Luiz Rosa advindas do Departamento de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo (EEL/USP).

Foi empregado um sistema eletrolítico constituído por uma fonte de tensão estabilizada CTRLTECH, com tensão variável de 0 a 1000 V CC, e corrente variável 0 a 20 A CC, célula do eletrólito, cabos conectores e periféricos (Figura 6). Os experimentos foram realizados no Laboratório de Plasma Eletrolítico – Lab-TSM, da Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba-SP.

Figura 6: Diagrama do aparato experimental.

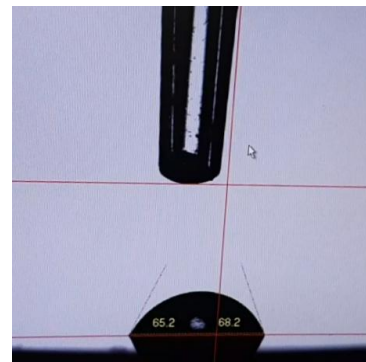
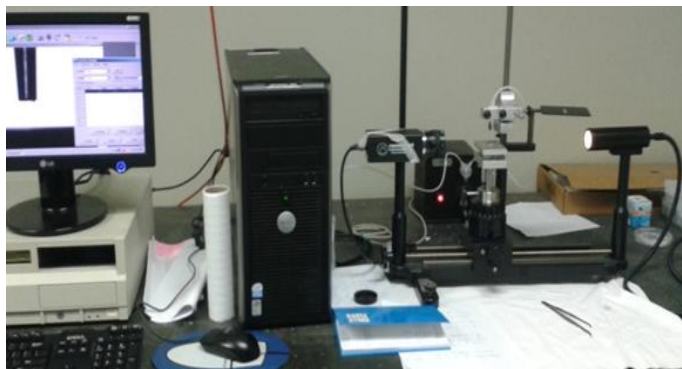


Fonte: Laboratório de Plasma Eletrolítico – Lab-TSM /FATEC

### 3.3 DETERMINAÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO

As medidas do ângulo de contato foram feitas utilizando um Goniômetro Ramehart modelo 300, instalado no Departamento de Física da UNESP – Campus de Guaratinguetá/SP. Foram colocadas três gotas de água na quantidade de 0,5 ou 0,75  $\mu\text{L}$  sobre cada amostra (Figura 7).

Figura 7: Imagem do Goniômetro Ramehart modelo 300 e representação da imagem capturada para avaliação.



Fonte: o autor (2025)

### 3.4 DETERMINAÇÃO DA RUGOSIDADE SUPERFICIAL

As análises de rugosidade superficial das superfícies de todas as amostras que foram anodizadas foram realizadas em um equipamento marca Mitutoyo, modelo Surftest SJ-301, localizado na Fatec - Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba (Figura 8).

Figura 8: Rugosímetro Mitutoyo SJ-301.

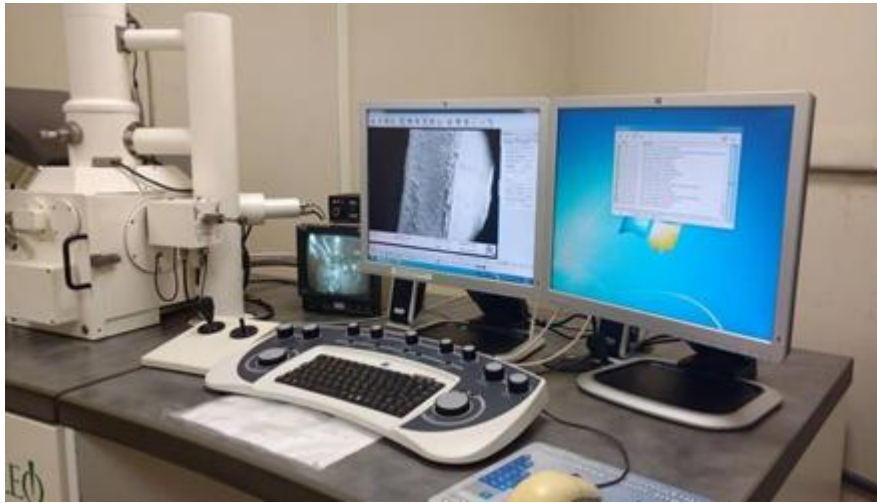


Fonte: o Autor (2025)

### 3.5 ANÁLISES DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foram realizadas em um microscópio marca LEO, modelo LEO 1450VP, localizado no Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena (EEL/USP) (Figura 9).

Figura 9: Microscópio Eletrônico de Varredura



Fonte: o Autor (2025)

### 3.6 ANÁLISES ESTATÍSTICAS

As análises estatísticas, pelo método de Taguchi, foram realizadas utilizando o programa Minitab 17, com 95% de intervalo de confiança.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 ANÁLISES DOS ÂNGULOS DE CONTATO

A tabela 3 apresenta os ângulos de contato medidos nas diferentes amostras anodizadas, com variação dos níveis dos fatores A, B e C. O ângulo de contato é uma medida da molhabilidade de uma superfície — quanto maior o ângulo, mais hidrofóbica é a superfície; quanto menor, mais hidrofílica. Isso tem implicações diretas em aplicações biomédicas, especialmente em biomateriais, onde a interação com fluidos biológicos e células são fundamentais.

Como pode ser observado, o experimento 2 apresentou o menor ângulo de contato. Os ângulos de contato pequenos ( $< 90^\circ$ ) correspondem com alta molhabilidade. Esse comportamento está diretamente relacionado à elevada energia de superfície do material, o que favorece a interação com líquidos, como água ou fluidos biológicos.

A escolha do ângulo de contato ideal depende da aplicação pretendida. Por exemplo, para aplicação em implantes ósseos e odontológicos, as superfícies moderadamente hidrofílicas (ângulo entre  $20\text{--}40^\circ$ ) tendem a favorecer a adesão celular e a osseointegração. Dessa forma, os experimentos como os de nº 3 ( $24^\circ$ ), 4 ( $37^\circ$ ), 6 ( $28^\circ$ ) se encaixam bem nesse contexto.

Agora, se a aplicação for para cateteres, *stents* e válvulas cardíacas, para evitar adesão de proteínas e formação de biofilmes, superfícies mais hidrofóbicas podem ser preferidas, ou seja, o experimento 7 ( $47^\circ$ ) mostra o maior grau de hidrofobicidade e pode ser mais indicado.

No artigo escrito por Laurén (2023) a autora descreve que, em biomateriais, essa característica é especialmente desejável em diversas aplicações, como na adesão celular, integração com tecidos e promoção de cicatrização. Uma superfície com alta energia tende a atrair moléculas biológicas, facilitando a adsorção de proteínas e promovendo uma resposta celular mais eficiente. Portanto, baixos ângulos de contato não apenas indicam boa molhabilidade, mas também sinalizam uma maior bioatividade e potencial de biocompatibilidade do material avaliado. Ainda nesse

mesmo trabalho, a autora aborda como a molhabilidade (*wettability*), expressa pelo ângulo de contato, influencia a interação de biomateriais com o ambiente biológico. Ela destaca que superfícies com baixos ângulos de contato (hidrofílicas) possuem alta energia superficial, o que favorece a adesão celular, a adsorção de proteínas e a biocompatibilidade geral do material.

Tabela 3: Ângulos de contato encontrados nas amostras anodizadas.

Experimentos	Níveis			Ângulo de contato (graus)
	A	B	C	
1	1	1	1	36,41
2	1	2	2	19,06
3	1	3	3	24,35
4	2	1	2	37,08
5	2	2	3	24,91
6	2	3	1	28,38
7	3	1	3	47,50
8	3	2	1	35,25
9	3	3	2	19,40

Fonte: o autor (2025)

#### 4.2 ANÁLISES DA RUGOSIDADE SUPERFICIAL

A tabela 4 apresenta os valores de rugosidade superficial obtidos nas amostras de nióbio anodizadas. Observa-se que os valores variaram entre 0,89  $\mu\text{m}$  e 11,53  $\mu\text{m}$ , evidenciando o impacto significativo dos parâmetros do processo de anodização sobre a topografia das amostras.

O maior valor de rugosidade (11,53  $\mu\text{m}$ ) foi registrado no experimento 2, sugerindo que os parâmetros de anodização (A=1, B=2, C=2) favoreceram a formação de uma camada superficial com maior irregularidade.

O menor valor de rugosidade (0,89  $\mu\text{m}$ ) ocorreu no experimento 7, onde os níveis de A=3, B=1 e C=3 resultaram em uma superfície mais lisa ou menos porosa.

De modo geral, as amostras apresentaram rugosidades compatíveis com superfícies biofuncionais, uma vez que rugosidades na faixa de 1–10  $\mu\text{m}$  são amplamente aceitas como benéficas para a adesão celular e osseointegração, conforme descrito por Zhao et al. (2023) e Chen et al. (2023).

Tabela 4: Resultados de rugosidade superficial encontrados nas amostras anodizadas.

Experimentos	Níveis			Rugosidade superficial ( $\mu\text{m}$ )
	A	B	C	
1	1	1	1	2,05
2	1	2	2	11,53
3	1	3	3	1,13
4	2	1	2	3,99
5	2	2	3	1,31
6	2	3	1	2,09
7	3	1	3	0,89
8	3	2	1	2,08
9	3	3	2	3,23

Fonte: o autor (2025)

### 4.3 ANÁLISE DOS RESULTADOS DE RUGOSIDADE SUPERFICIAL E CORRELAÇÃO COM O ÂNGULO DE CONTATO

Os resultados obtidos para a rugosidade superficial das amostras anodizadas são apresentados na tabela 4. Observa-se que os valores de rugosidade variaram entre 0,89  $\mu\text{m}$  e 11,53  $\mu\text{m}$ , evidenciando o impacto significativo dos parâmetros do processo de anodização a plasma eletrolítico sobre a topografia superficial do nióbio.

A amostra do experimento 2 apresentou o maior valor de rugosidade superficial (11,53  $\mu\text{m}$ ), o que indica a formação de uma camada com elevada irregularidade e microestrutura porosa, resultante da combinação dos níveis A=1, B=2 e C=2. Por outro lado, a amostra do experimento 7 apresentou o menor valor de rugosidade (0,89  $\mu\text{m}$ ), refletindo uma superfície menos porosa e mais lisa.

Os valores obtidos são compatíveis com faixas de rugosidade relatadas na literatura para superfícies biofuncionais. Segundo Zhao et al. (2023) e Chen et al. (2023), rugosidades na faixa de 1 a 10  $\mu\text{m}$  favorecem a adesão celular, a proliferação e, conseqüentemente, a osseointegração de implantes metálicos.

A tabela 3 apresenta os ângulos de contato correspondentes às mesmas amostras. Uma análise comparativa dos resultados demonstra uma correlação direta entre rugosidade e molhabilidade.

A amostra do experimento 2, com a maior rugosidade superficial, apresentou também o menor ângulo de contato (19,06°), indicando uma superfície altamente hidrofílica. Esse comportamento é atribuído ao aumento da área superficial e à presença de microcavidades que favorecem o espalhamento da gota de líquido por efeito capilar.

Em contrapartida, a amostra do experimento 7, que apresentou a menor rugosidade (0,89  $\mu\text{m}$ ), resultou no maior ângulo de contato (47,50°), caracterizando uma superfície mais hidrofóbica e com menor molhabilidade.

Demais amostras, como as dos experimentos 3 e 5, apresentaram rugosidades intermediárias, variando entre 1,13  $\mu\text{m}$  e 1,31  $\mu\text{m}$ , e ângulos de contato na faixa de

24,35° a 24,91°, evidenciando uma tendência de que superfícies menos rugosas exibem molhabilidade reduzida, embora ainda dentro do intervalo considerado hidrofílico.

Esses resultados estão em conformidade com estudos recentes de Li et al. (2023) e Wang et al. (2023), que apontam a influência direta da rugosidade e da microtextura na modificação das propriedades de molhabilidade das superfícies metálicas tratadas.

No contexto das aplicações biomédicas, os resultados obtidos são particularmente relevantes. Superfícies com maior rugosidade e elevada hidrofília, como observado na amostra do Experimento 2, são ideais para aplicações em implantes ortopédicos e odontológicos, uma vez que favorecem a adsorção inicial de proteínas plasmáticas, a adesão celular e a integração do implante ao tecido ósseo. Adicionalmente, a presença de porosidades em microescala permite o desenvolvimento de sistemas de liberação controlada de fármacos, além de oferecer suporte adequado para o crescimento celular em estratégias de engenharia tecidual.

Por outro lado, superfícies com menor rugosidade e ângulos de contato mais elevados podem ser estrategicamente empregadas em áreas específicas onde se deseja limitar a adesão celular ou reduzir o risco de colonização bacteriana, dependendo da aplicação clínica.

Dessa forma, os resultados comprovam que o ajuste dos parâmetros do processo de anodização a plasma permite o controle eficiente da rugosidade e da molhabilidade do nióbio, possibilitando o desenvolvimento de biomateriais personalizados conforme as necessidades de cada aplicação.

### 4.3 RESULTADOS DAS ANÁLISES DE MEV

Para uma discussão inicial, foi escolhida a amostra do experimento 2 para a realização da caracterização por MEV, por se tratar da condição experimental que apresentou o menor ângulo de contato e o maior valor de rugosidade. A figura 10 apresenta imagens de MEV com várias ampliações.

As análises morfológicas realizadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da amostra referente ao experimento 2 revelaram uma superfície com elevada rugosidade e presença de poros bem definidos, distribuídos de maneira relativamente homogênea. As imagens obtidas em diferentes ampliações (200x a 5000x) apresentaram uma topografia caracterizada por microestruturas circulares e cavidades em escala micrométrica, com bordas regulares e formas arredondadas, características típicas de superfícies anodizadas sob condições de plasma. A presença de tais estruturas sugere que o processo de anodização empregado foi eficaz na modificação superficial do material, promovendo o desenvolvimento de uma camada porosa com morfologia adequada para aplicações biomédicas.

Do ponto de vista da molhabilidade, a amostra apresentou um ângulo de contato de 19°, o mais baixo dentre todos os experimentos analisados. Este valor está diretamente associado à natureza hidrofílica da superfície, a qual pode ser explicada pelas características morfológicas observadas. A combinação de elevada rugosidade superficial e presença de microcavidades promove um aumento da energia superficial e favorece a adesão de líquidos à superfície, fenômeno que é amplamente descrito na literatura como determinante para a redução do ângulo de contato. Além disso, a microestrutura porosa atua como um reservatório capilar, facilitando o espalhamento da gota e, conseqüentemente, intensificando a molhabilidade.

Vários trabalhos encontrados na literatura como, por exemplo, Zhao, L., et al. (2023); Li, X., et al. (2023); Wang, Y., et al. (2023); Chen, J., et al. (2023); Kang, S. M., et al. (2023); Liu, Y., et al. (2023); Zhang, Y., et al. (2023); Sun, H., et al. (2023); Lee, J. H., et al. (2023) e Park, J. H., et al. (2023), destacam que a relação entre morfologia superficial e ângulo de contato é de particular interesse para aplicações na área de biomateriais, especialmente em contextos onde a interação célula-superfície desempenha papel crucial para o desempenho funcional do implante. Superfícies

hidrofílicas têm sido associadas a uma maior adsorção inicial de proteínas séricas e, subsequentemente, a uma adesão celular mais eficiente, aspectos fundamentais para a osseointegração de implantes ortopédicos e odontológicos.

A amostra do experimento 7 foi selecionada para caracterização detalhada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), por se tratar da condição experimental que apresentou o maior ângulo de contato ( $47,50^\circ$ ) e a menor rugosidade superficial ( $0,89 \mu\text{m}$ ), conforme apresentado nas Tabelas 3 e 4. A figura 11 exibe imagens obtidas em diferentes ampliações, variando de 500x a 10.000x.

A análise morfológica evidencia que a superfície apresenta baixa porosidade e textura relativamente lisa quando comparada a outras amostras anodizadas neste estudo. Nas menores ampliações (500x e 1000x), observa-se uma superfície com poucas irregularidades e ausência significativa de estruturas porosas bem definidas, característica que contribui diretamente para a menor rugosidade superficial registrada.

Com o aumento da ampliação (2000x a 10.000x), nota-se a presença pontual de regiões com pequenas falhas ou descontinuidades superficiais, mas sem formação expressiva de poros abertos ou microcavidades interconectadas. Essa morfologia sugere que o processo de anodização, sob os parâmetros empregados no Experimento 7 (A=3, B=1, C=3), não favoreceu a formação de uma camada cerâmica porosa, resultando em uma superfície mais compacta e homogênea.

A baixa rugosidade observada está diretamente correlacionada ao alto ângulo de contato da amostra, indicando um comportamento superficial mais hidrofóbico. Superfícies lisas e com menor topografia tendem a apresentar menor energia superficial disponível para interação com líquidos, o que reduz o espalhamento da gota e aumenta o ângulo de contato, fenômeno amplamente descrito por autores como Wang et al. (2023) e Park et al. (2023).

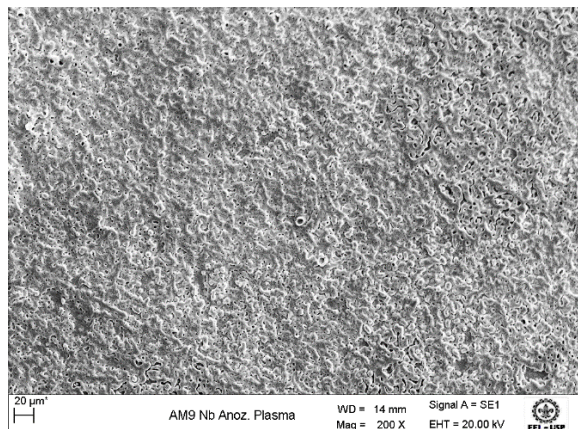
Do ponto de vista da aplicação como biomaterial, essa condição pode ser estrategicamente explorada. Embora superfícies mais rugosas e hidrofílicas sejam tradicionalmente associadas à melhoria da adesão celular e à osseointegração, superfícies mais lisas e levemente hidrofóbicas possuem vantagens em situações

específicas, como: implantes em áreas com maior exposição a fluidos biológicos, onde a menor molhabilidade pode auxiliar na redução da adsorção inicial de proteínas indesejadas ou colonização bacteriana (PARK et al., 2023) e componentes de próteses ou dispositivos de contato temporário, onde se deseja limitar a adesão celular excessiva ou o acúmulo de biofilme (WANG et al., 2023).

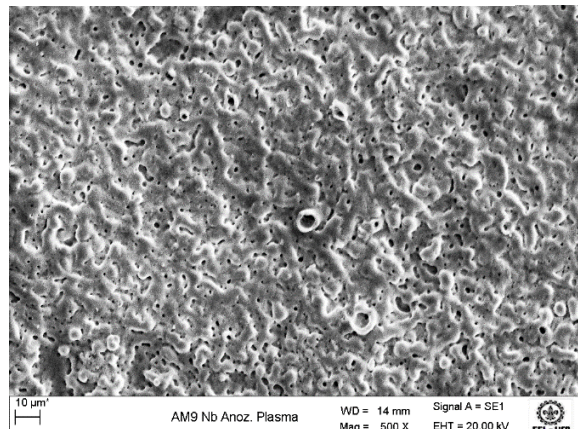
Além disso, a presença pontual de micro defeitos pode atuar como sítios de ancoragem seletiva para proteínas específicas, o que abre a possibilidade de funcionalização direcionada da superfície, combinando regiões de menor e maior adesão celular, conforme necessidade clínica (LIU et al., 2023).

Dessa forma, os resultados obtidos para a amostra do experimento 7 reforçam a importância do controle dos parâmetros de anodização a plasma na modulação da morfologia superficial, permitindo o desenvolvimento de biomateriais com propriedades customizadas para diferentes aplicações biomédicas.

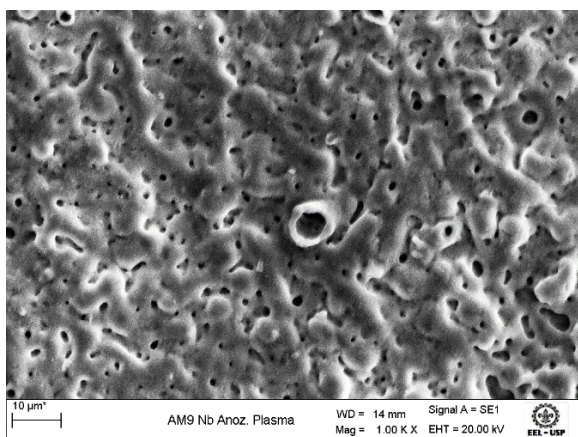
Figura 10: Imagens de MEV da amostra anodizada do experimento 2.



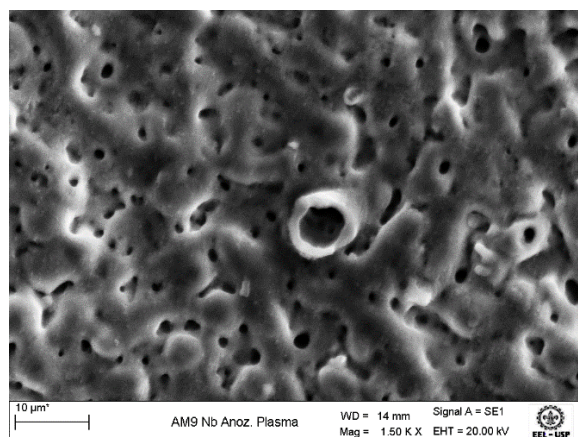
Amostra do Exp 2 Ampliação 200 x



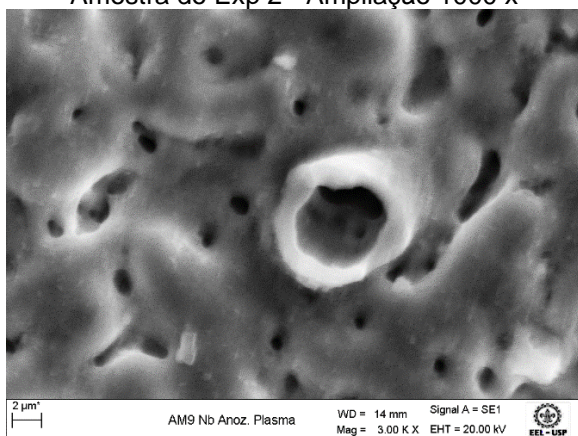
Amostra do Exp 2 - Ampliação 500 x



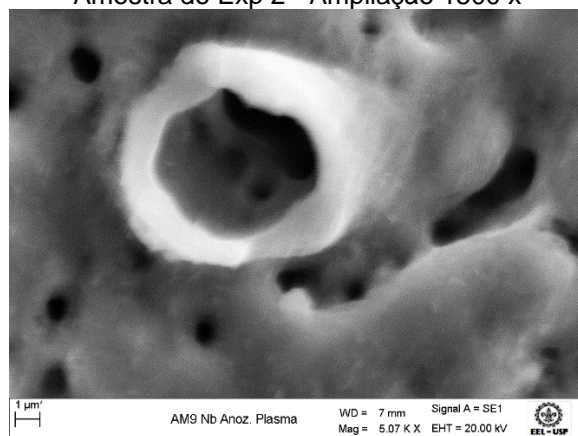
Amostra do Exp 2 - Ampliação 1000 x



Amostra do Exp 2 - Ampliação 1500 x



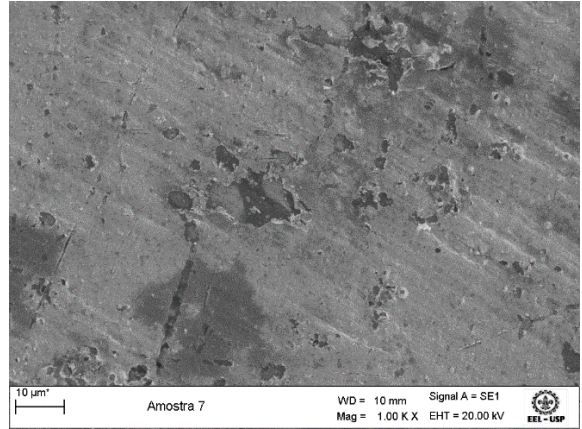
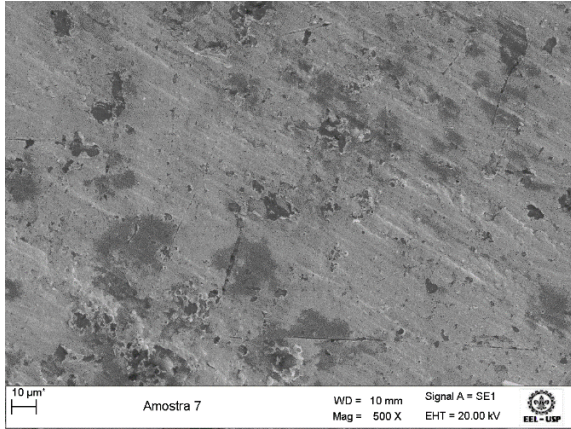
Amostra do Exp 2 - Ampliação 3000 x



Amostra do Exp 2 - Ampliação 5000 x

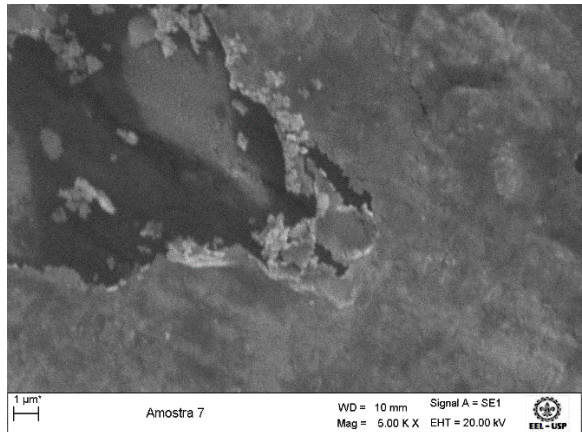
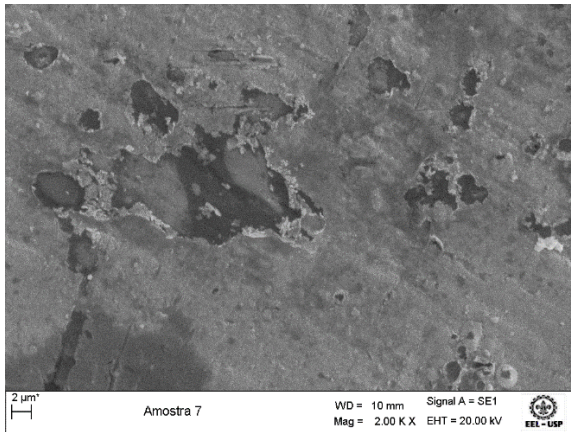
Fonte: o autor (2025)

Figura 11: Imagens de MEV da amostra anodizada do experimento 7.



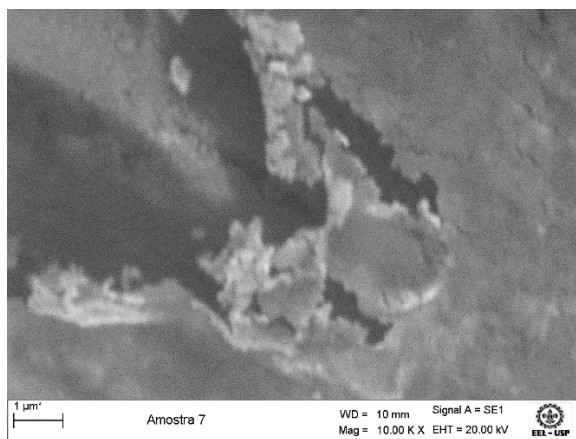
Amostra do Exp 7 Ampliação 500 x

Amostra do Exp 7 - Ampliação 1000 x



Amostra do Exp 7 - Ampliação 2000 x

Amostra do Exp 7 - Ampliação 5000 x



Amostra do Exp 7 - Ampliação 10.000 x

Fonte: o autor (2025)

#### 4.4 ANÁLISE EXPERIMENTAL E ESTRATÉGIA METODOLÓGICA

Com o objetivo de avaliar a influência dos parâmetros de anodização a plasma eletrolítico sobre as propriedades de superfície do nióbio, foi empregada uma abordagem estatística baseada no método de Taguchi. Esse método, amplamente utilizado no planejamento de experimentos, permite a otimização de processos com um número reduzido de ensaios, por meio do uso de matrizes ortogonais. Para este estudo, adotou-se a matriz  $L_9$  ( $3^3$ ), que contempla três fatores de controle variando em três níveis distintos, possibilitando a análise de suas interações e dos efeitos individuais sobre as respostas de interesse.

Os fatores investigados foram:

**Fator A:** Concentração da solução eletrolítica;

**Fator B:** Tensão aplicada no processo de Anodização;

**Fator C:** Tempo de anodização.

Como variáveis de resposta, foram analisados:

**R1 - Ângulo de contato (graus):** Propriedade diretamente relacionada à molhabilidade da superfície, aspecto fundamental em biomateriais, uma vez que superfícies hidrofílicas favorecem a adsorção de proteínas e a adesão celular, enquanto superfícies hidrofóbicas podem reduzir o acúmulo de biofilmes (WANG et al., 2023; PARK et al., 2023);

**R2 - Rugosidade superficial ( $\mu\text{m}$ ):** Parâmetro morfológico que influencia diretamente a interação entre o biomaterial e o tecido biológico, impactando a área de contato, a osseointegração e o crescimento celular (LIU et al., 2023; ZHANG et al., 2023).

A tabela 5 apresenta o conjunto completo de experimentos, indicando os níveis aplicados para cada fator e os respectivos resultados de ângulo de contato e rugosidade superficial. Essa estrutura experimental permitiu identificar a influência isolada e combinada dos parâmetros de processo sobre as características superficiais do nióbio anodizado.

De maneira preliminar, observa-se uma tendência de correlação inversa entre rugosidade e ângulo de contato, ou seja, amostras com maior rugosidade superficial tendem a apresentar maior molhabilidade (menor ângulo de contato), enquanto superfícies mais lisas apresentam comportamento mais hidrofóbico. Esse comportamento é compatível com os mecanismos descritos na literatura, nos quais a topografia superficial atua na modulação da energia de superfície e, conseqüentemente, na interação com líquidos e células (ZHANG et al., 2023).

Tabela 5: Resultados experimentais obtidos para o ângulo de contato e a rugosidade superficial das amostras de nióbio anodizadas conforme a matriz L9 do método de Taguchi.

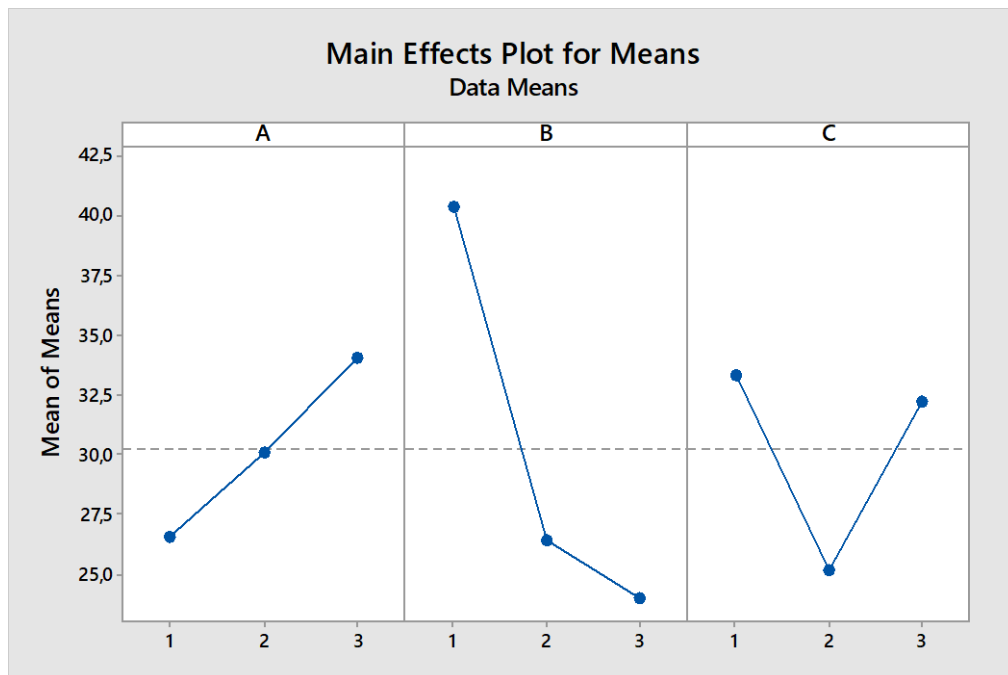
Experimentos	Níveis			(R1)	(R2)
	A	B	C	Ângulo de contato (graus)	Rugosidade superficial ( $\mu\text{m}$ )
1	1	1	1	36,41	2,05
2	1	2	2	19,06	11,53
3	1	3	3	24,35	1,13
4	2	1	2	37,08	3,99
5	2	2	3	24,91	1,31
6	2	3	1	28,38	2,09
7	3	1	3	47,50	0,89
8	3	2	1	35,25	2,08
9	3	3	2	19,40	3,23

Fonte: o autor (2025)

#### 4.4.1 Análise do Ângulo de Contato (R1) - Efeito dos fatores e níveis com relação à média das respostas (R1)

Na análise pelo método de Taguchi, utilizando o programa Minitab 17 (Figura 12), da reposta média das medidas do ângulo de contato, observamos que o fator principal B (Tensão volts), foi que mostrou maior significância no processo, quando está ajustado no nível 3 (alto), mas com uma diferença muito pequena no ajuste no nível 2 (médio), o que do ponto de vista otimização (tempo, custo etc.) é o melhor ajuste. Os fatores A e C, apresentaram uma baixa variação entre os níveis de ajuste uma menor interferência no processo, para a variável resposta ângulo de contato ( $19,06^\circ$ ), e pela mesma razão da otimização do processo, podendo ser ajustadas no nível 1 (baixo).

Figura 12: Gráfico dos efeitos das repostas do ângulo de contato.

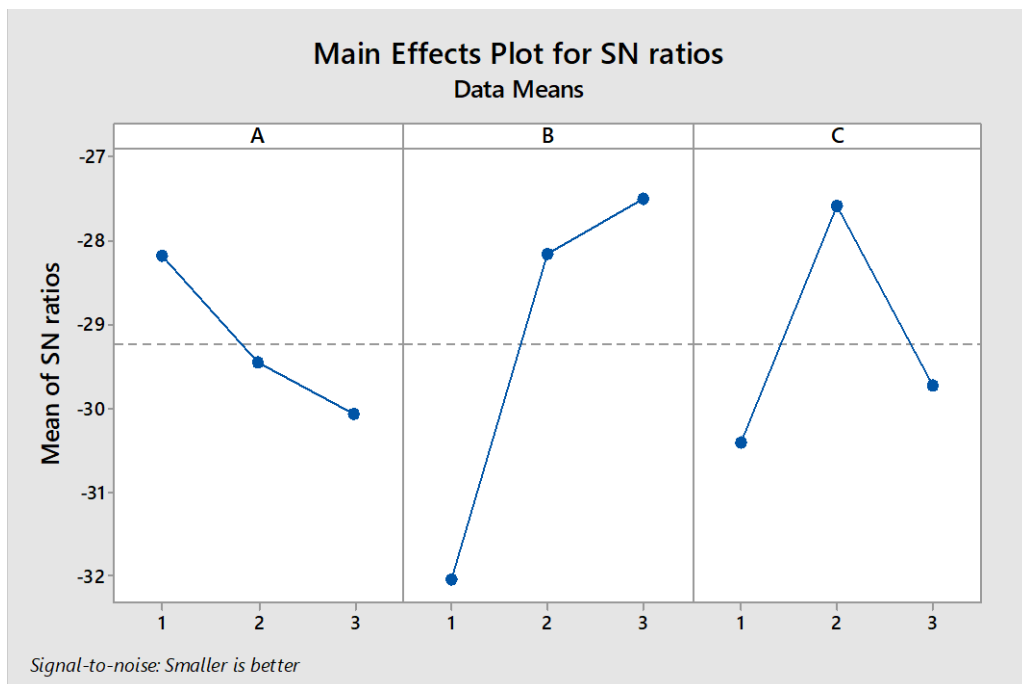


Fonte: o autor (2025)

#### 4.4.1.1 Efeito dos fatores e níveis com relação sinal ruído (R1)

Na análise pelo método de Taguchi, pelo método do sinal ruído (Figura 13), na condição menor é melhor, é observado que também o fator principal B (Tensão volts), foi que mostrou maior interferência no processo, lembrando que na análise do fator sinal ruído, consideramos a maximização do sinal (maior valor), e foi observado que quando está ajustado no nível 3 (alto) ou 2 (médio), onde foram obtidos os maiores valores do sinal. Os fatores A e C, também tiveram um comportamento similar com os do ajuste das respostas médias do ângulo de contato, indicando o ajuste também nos níveis 1 (baixo).

Figura 13: Gráfico dos efeitos na razão sinal ruído das repostas do ângulo de contato.

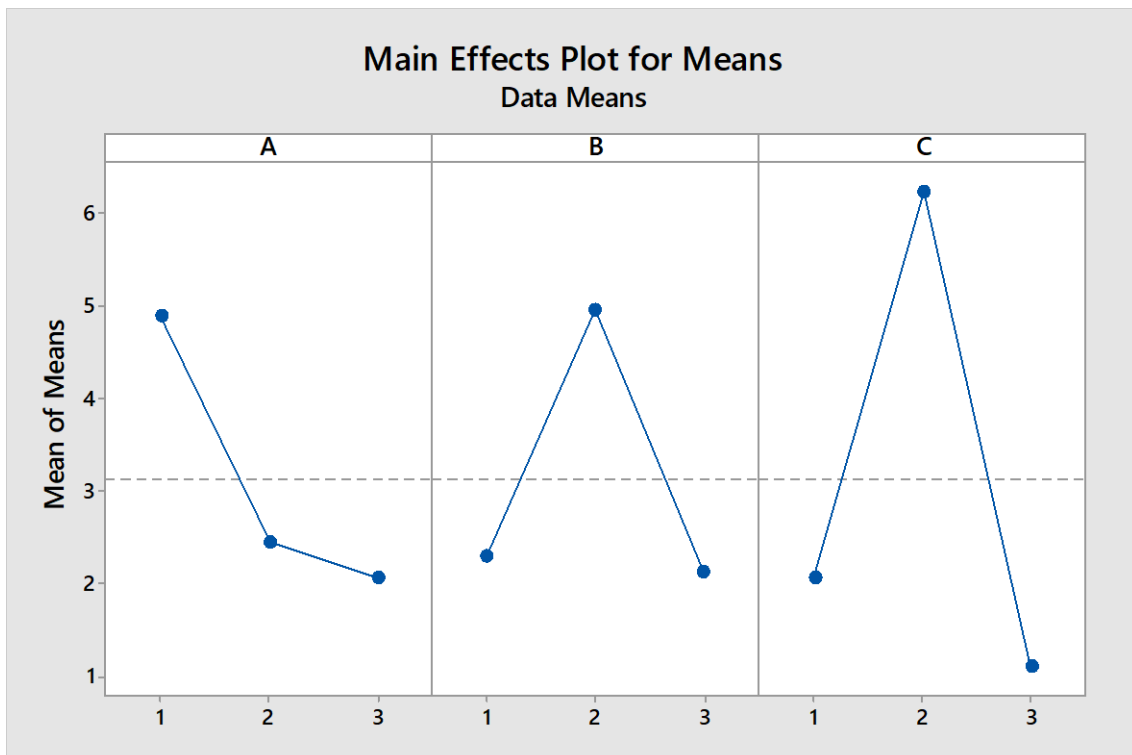


Fonte: o autor (2025)

#### 4.4.2 Análise da Rugosidade (R2) - Efeito dos fatores e níveis com relação à média das respostas (R2)

Na análise pelo método de Taguchi, utilizando para variável resposta média da Rugosidade R2, (Figura 14), observamos que o fator principal C (Tempo), foi que mostrou maior significância no processo, quando está ajustado também no nível 2 (médio), sendo o nível 1 e 2 com pequena diferença de variação. Os fatores principais A e C, apresentaram o uma significância ou pouco menor e similar, sendo a condição de melhor ajuste, para maior valor da variável resposta “Rugosidade”, seria no nível 1 e 2 respectivamente, que foi o ajuste proposto no arranjo experimental original proposto pelo método de Taguchi L<sub>9</sub>, no experimento na linha 2, que também foi o experimento que gerou o menor valor da variável resposta ângulo de contato.

Figura 14: Gráfico dos efeitos das repostas média da Rugosidade.



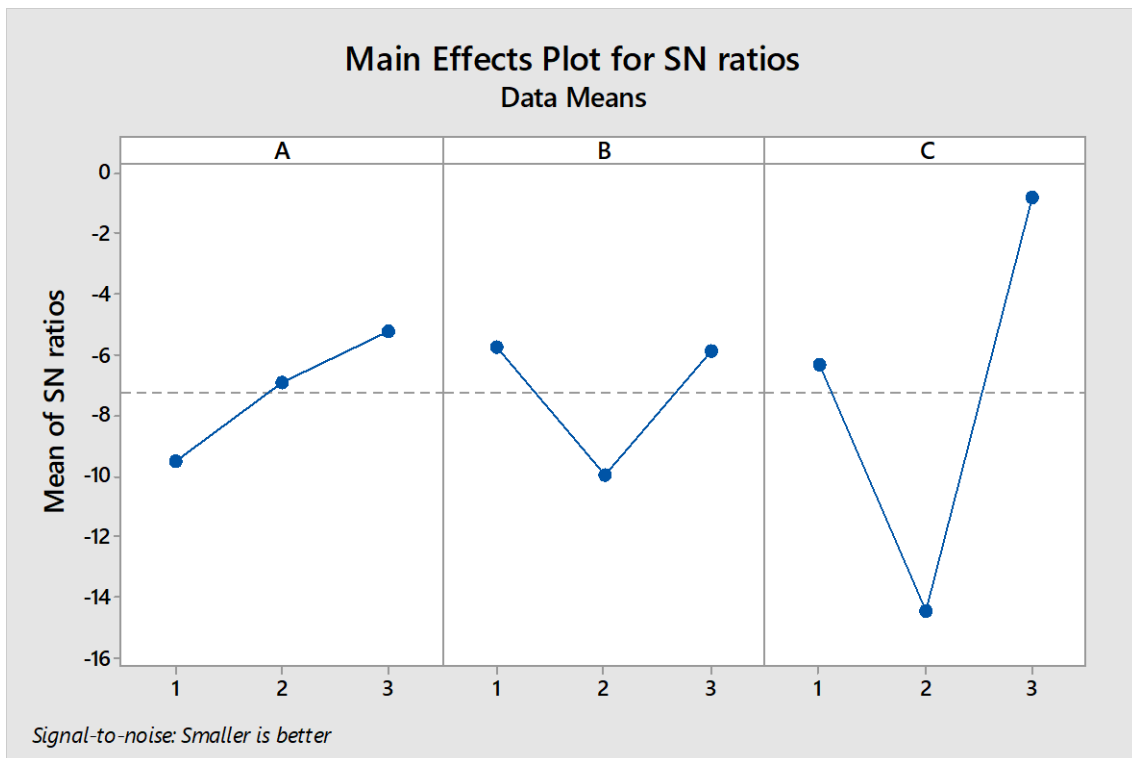
Fonte: o autor (2025)

#### 4.4.2.1 Efeito dos fatores e níveis com relação sinal ruído (R2)

Na análise pelo método de Taguchi, pelo método do sinal ruído (Figura 15), na condição maior é melhor, da variável resposta da Rugosidade média, que também o fator principal C, foi o mais gerou interferência na variação do processo, sendo que também na maximização do sinal, quando o processo estava ajustado no nível 3, onde observou-se a maior variação. Já os fatores A e B, apresentaram uma baixa variação.

Com base nessas análises, ficaria com sugestão para trabalhos futuros, realizar um experimento na condição de ajuste: Fator A no nível 1, Fator b no nível 1 e Fator C no nível 3, que não foi contemplado no arranjo experimental L<sub>9</sub>, por não ser um fatorial completo para essa condição experimental, com um experimento de confirmação e verificação se esse ajuste seria possível obter o menor valor de ângulo de contato e maior rugosidade, com a menor variação do processo.

Figura 15: Gráfico dos efeitos na razão sinal ruído das repostas média da Rugosidade.



Fonte: o autor (2025)

## 5 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste trabalho demonstraram a eficiência do processo de anodização a plasma eletrolítico (EPO) na modificação da superfície do nióbio metálico, visando aplicações em biomateriais. A aplicação do método de Taguchi, por meio da matriz ortogonal  $L_9$ , possibilitou avaliar de forma otimizada a influência dos parâmetros de processo — concentração da solução eletrolítica, tensão de anodização e tempo de anodização — sobre as propriedades morfológicas e de molhabilidade das amostras.

Com base nas análises de ângulo de contato e rugosidade superficial, observou-se uma correlação direta entre a rugosidade e o comportamento hidrofílico das amostras:

A amostra do **experimento 2**, que apresentou o maior valor de rugosidade superficial ( $11,53 \mu\text{m}$ ), também apresentou o menor ângulo de contato ( $19,06^\circ$ ), indicando elevada molhabilidade e alta energia de superfície, condições favoráveis para adesão celular e osseointegração. Essa configuração é particularmente vantajosa em implantes ortopédicos e odontológicos, onde a integração rápida e eficiente com o tecido ósseo é fundamental para o sucesso clínico.

A amostra do **experimento 7**, por sua vez, apresentou a menor rugosidade ( $0,89 \mu\text{m}$ ) e o maior ângulo de contato ( $47,50^\circ$ ), resultando em uma superfície mais lisa e hidrofóbica. Superfícies com esse perfil podem ser aplicadas em dispositivos biomédicos onde se deseja limitar a adesão celular, como em próteses de contato temporário, cateteres ou em componentes de implantes que não estejam em interação direta com o tecido ósseo, reduzindo assim o risco de contaminação ou formação de biofilme.

As análises morfológicas por MEV confirmaram a influência dos parâmetros de anodização na topografia das amostras. Destacam-se:

A amostra do **experimento 2**, com morfologia altamente porosa e microcavidades bem distribuídas, indicada para aplicações que exigem elevada bioatividade e

potencial de osseointegração, como implantes dentários, placas ósseas e componentes protéticos permanentes.

A amostra do **experimento 7**, com superfície mais compacta e homogênea, adequada para ambientes clínicos onde se busca reduzir a adesão bacteriana ou controlar seletivamente a interação celular.

O presente estudo também evidenciou a aplicabilidade prática do método de Taguchi para otimizar processos complexos de engenharia de superfície, permitindo a customização das características do nióbio anodizado de acordo com as demandas biomédicas específicas.

Dessa forma, este trabalho contribui significativamente para o avanço no desenvolvimento de revestimentos cerâmicos biofuncionais de  $Nb_2O_5$ , com elevado potencial de aplicação em dispositivos médicos implantáveis. A possibilidade de controlar, de forma precisa, parâmetros como rugosidade e molhabilidade representa um avanço na engenharia de biomateriais, viabilizando a fabricação de superfícies adaptadas a diferentes necessidades clínicas, sejam elas promover adesão celular e integração óssea, ou minimizar adesão bacteriana e respostas inflamatórias indesejadas.

Assim, os resultados obtidos reforçam a viabilidade do nióbio tratado por EPO como um material promissor para aplicações em ortopedia, odontologia, engenharia tecidual e outros segmentos biomédicos que demandam superfícies funcionalizadas e bioativas.

## 6 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS:

Diante dos resultados obtidos e das limitações inerentes ao presente estudo, algumas linhas de pesquisa são recomendadas para aprofundamento e continuidade da investigação sobre o nióbio anodizado e suas aplicações como biomaterial:

- 1) Análise da variação de massa das amostras antes e depois do processo de anodização;
- 2) Análise de variância (ANOVA) dos resultados obtidos;
- 3) Investigar o comportamento eletroquímico das superfícies modificadas em meios simuladores de fluidos corporais (SBF), a fim de analisar a resistência à corrosão, a formação de apatita e a estabilidade dos revestimentos cerâmicos ao longo do tempo;
- 4) Expandir o estudo para outros metais ou ligas metálicas de interesse biomédico, como titânio ou zircônio, utilizando a mesma metodologia de anodização a plasma eletrolítico e o método de Taguchi, permitindo a comparação direta entre diferentes materiais;
- 5) Explorar a incorporação de elementos bioativos ou agentes terapêuticos nos poros formados durante o processo de anodização, com o objetivo de desenvolver sistemas de liberação controlada de fármacos, antibióticos ou fatores de crescimento;
- 6) Realizar ensaios mecânicos complementares, como testes de adesão do revestimento, dureza e resistência ao desgaste, fundamentais para validar o desempenho das superfícies tratadas em condições clínicas reais;
- 7) Investigar modificações adicionais de superfície, como funcionalização química, tratamentos térmicos ou deposição de camadas adicionais, visando aprimorar propriedades específicas, como a resistência bacteriana ou a resposta osteogênica.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

A. M. HADIAN, A. L. DREW, "Thermodynamic modelling of wetting at silicon nitride/Ni-Cr-Si alloy interfaces", *Mater. Sci. Eng.* A189 (1994) 209-217.

A. LUGOVSKOY et al. Production of ceramic layers on aluminum alloys by plasma electrolytic oxidation in alkaline silicate electrolytes. *Applied Surface Science* 264 (2013) 743 – 747.

ANDRADE, L. S. Catalisadores baseados em nióbio: propriedades, aplicações e avanços tecnológicos. *Journal of Material Chemistry*, v. 23, n. 7, p. 123–132, 2014.

BATISTA, L. R.; SILVA, A. R.; FERRARI-LIMA, A. M. Estudo das propriedades fotocatalíticas e fases cristalinas de óxidos de nióbio. *Revista Brasileira de Catálise*, v. 12, n. 4, p. 45–58, 2014.

BELEM, Maria. Avaliação do desempenho de revestimentos de pentóxido de nióbio aplicados por aspersão térmica. 2019. 135 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção). Universidade Metodista de Piracicaba. Santa Bárbara D'Oeste. 2019.

BRAGA, Valdeilson. Preparação e caracterização de catalisadores baseados em pentóxido de nióbio de cobre (II) aplicados em reações de esterificação e transesterificação. 2007. 114 f. Tese (Doutorado em Química). Universidade de Brasília. Brasília 2007.

C. G. Aneziris, F. Homola, "High temperature wettability of refractories in contact with melts", *Handbook, German Ceram. Soc., Technical Ceramic Materials, Kriegesmann*, Cap. 5.4.2.1 (2005) 1-32.

CARDOSO, Denise. Alteração Superficial por anodização: Processo, caracterização e análise do revestimento de óxido de titânio e nióbio. 2018. 63 f. Monografia (Engenharia de Materiais). Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Belo Horizonte. 2018.

CARPINETTI, L.C. , R., R. Gonçalves Filho, E. V. Porto, A. J. V., & Jasinevicius, R. G. (1996). Rugosidade superficial: conceitos e princípios de medição.

CERNIAK, Samuel. Estudo e desenvolvimento de um capacitor eletrolítico de nióbio. 2011. 121 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal. 2011.

CHEN, D.-C.; CHEN, D.-F.; HUANG, S.-M. Applying the Taguchi Method to Improve Key Parameters of Extrusion Vacuum-Forming Quality. *Polymers*, v. 16, n. 8, p. 1113, 2024. DOI: 10.3390/polym16081113

CHEN, J., et al. (2023). "Utilizing biomaterial surface properties to improve orthopedic hip implant integration." *Bioactive Materials*, 15, 1-15.

DEDAVID, B. A., GOMES, C. I. MACHADO, G. (2007). Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores. EdIPUCRS.

FAZEL, M. et al. Osteogenic and antibacterial surfaces on additively manufactured porous Ti-6Al-4V

FERNANDES, Frederico Augusto Pires, "Estudo do Comportamento Tribológico das Ligas de Ti-13Nb-13Zr e Ti-6Al-4V ELI para Aplicação Biomédica", EEL, Lorena, 2007. Manual de Implantodontia Clínica - 2ed: Conceitos, protocolos e inovações página 37.

GEETHA, M., SINGH, A. K., ASOKAMANI, R., GOGIA, A. K., Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review (2009)

GOUVÊA, D. (2004). Influência das energias de superfícies e interfaces na densificação durante a sinterização: um modelo geométrico. Cerâmica, 50, 81-88.

GURGEL, Diego. Estudo e desenvolvimento de material absorvedor de micro-ondas baseado em Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> com Mo via metalurgia do pó. 2016. Dissertação (Mestrado de Sistemas de Comunicação e Automação). Universidade Federal Rural do Semi-Árido. Mossoró. 2016.

HU, Y. et al. Microscopic fringe projection profilometry: A review. Optics and Lasers in Engineering, v. 135, p. 106192–106192, 1 dez. 2020.

implants: Combining silver nanoparticles with hydrothermally synthesized HA nanocrystals. Materials

KANG, S. M., et al. (2023). "Titanium dental implants hydrophilicity promotes preferential serum protein adsorption and osteoblast adhesion." Materials Science and Engineering: C, 140, 112567.

LAURÉN, S. Wettability of biomaterials: Enhancing Biocompatibility and Performance. [https://www.biولينscientific.com/blog/wettability-of-biomaterials-enhancing-biocompatibility-and-performance?utm\\_source=chatgpt.com](https://www.biولينscientific.com/blog/wettability-of-biomaterials-enhancing-biocompatibility-and-performance?utm_source=chatgpt.com). Acesso em 28 de maio de 2025.

LEAL, Rita. Desenvolvimento de Biocompósitos rígidos para aplicação como biomaterial. 2012. 70 f. Dissertação (Mestrado de materiais). Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande. 2012.

LEE, J. H., et al. (2023). "Electrochemical anodization of cast titanium alloys in oxalic acid for biomedical applications." Journal of Materials Science: Materials in Medicine, 34(5), 123.

LI, X., et al. (2023). "The rational design, biofunctionalization and biological properties of porous titanium implants for orthopedic use." Materials Science and Engineering: C, 140, 112567.

LIN, C.-M.; LIN, Y.-S. Utilizing a Two-Stage Taguchi Method and Artificial Neural Network for the Precise Forecasting of Cardiovascular Disease Risk. *Bioengineering*, v. 10, n. 11, 2023. DOI: 10.3390/bioengineering10111286.

LIU, Y., et al. (2023). "Surface Properties and Biocompatibility of Anodized Titanium with a Potential Pretreatment for Biomedical Applications." *Metals*, 13(3), 456.

LUO, D. et al. Area scanning method for 3D surface profilometry based on an adaptive confocal microscope. *Optics and Lasers in Engineering*, v. 124, p. 105819, jan. 2020.

LUZ, A. P., RIBEIRO, S., & PANDOLFELLI, V. C. (2008). Artigo revisão: uso da molhabilidade na investigação do comportamento de corrosão de materiais refratários. *Cerâmica*, 54, 174-183.

M. N. Rahaman, *Ceramic Processing and Sintering*, 1ª Ed., Marcel Dekker, Nova York, EUA (1995) 770.

MINATI, L. et al. Plasma Assisted surface Treatments of Biomaterials. *Biophys. Chem. Elsevier*, v. 229, p. 151 – 164, ISSN 18734200.

MOLIN, Paulo. Biocompatibilidade e osteointegração de células osteoblásticas em contato com nióbio. 2016. Dissertação (Mestrado Bioengenharia). Universidade de São Paulo. São Carlos. 2016.

MOTTA, Felipe. Propriedades de revestimentos de nióbio obtidos por aspersão térmica a plasma sobre aço API 5L X65. 2011. 97 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre. 2011.

N.M.S. Marins, R.P. Mota, R.Y. Honda, P.A.P. Nascente, M.E. Kayama, K.G. Kostov, M.A. Algatti, N.C. Cruz, E.C. Rangel,

Notas de aula – Ângulo de Contato e Energia de Superfície

NOWAK, I.; ZIOLEK, M. Structures and catalytic applications of niobium oxides. *Catalysis Today*, v. 78, p. 25–36, 1999.

P. GUPTA et al. Electrolytic plasma technology: Science and engineering - An overview. *Surface & Coatings Technology* 201 (2007) 8746–8760.

PARK, J. H., et al. (2023). "Advances in the superhydrophilicity-modified titanium surfaces with antibacterial properties." *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*, 11, 1000401.

PEREIRA, B. L. AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DA ADESÃO DE FILMES DE ÓXIDOS OBTIDOS POR ANODIZAÇÃO EM SUBSTRATO DE NIÓBIO. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Paraná. Curitiba. 2015.

Properties of hydrogenated amorphous carbon films deposited by PECVD and modified by SF<sub>6</sub> plasma,

R. M. Nascimento, A. E. Martinelli, A. J. A. Buschinelli, "Review article: recent advances in metal-ceramic brazing", *Cerâmica* 49 (2003) 178-198.

R. O. HUSSEIN and D. O. NORTHWOOD. Production of anti-corrosion coatings on light alloys (Al, Mg, Ti) by Plasma-Electrolytic Oxidation (PEO). In: *Developments in Corrosion Protection*, edited by M. Aliofkhazraei, ISBN 978-953-51-1223-5, 2014.

RODRIGUES, P. R.; LIMA, C. A. Interações hidrogênio-nióbio e suas implicações em eletroquímica. In: 17º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (CBECIMat), Foz do Iguaçu, 2006. Anais eletrônicos. Foz do Iguaçu: CBECIMat, 2006. Disponível em: <https://www.osti.gov>. Acesso em: 24 nov. 2024.

SANTOS, G. R. M. Modificação da Superfície da Liga Experimental Ti<sub>25</sub>Ta<sub>25</sub>Nb<sub>3</sub>Sn por meio de Oxidação Anódica. Trabalho de Graduação de Curso. Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá. 2016.

*Science and Engineering: C*, v. 120, p. 111745, 1 jan. 2021.

SILVA, Elisabeth. Comparação de diferentes biomateriais metálicos em implantes cirúrgicos. 1992. 134 f. Dissertação (Mestrado Engenharia Metalúrgica e dos Materiais). Universidade Federal de Rio Grande do Sul. Porto Alegre. 1992.

SIMOMUKAY, Elton. Síntese e caracterização de ortofosfatos de cálcio dopados com nióbio (v) por meio da rota hidrotérmica e avaliação de citocompatibilidade. 2013. 201 f. Dissertação (Mestrado em Química). Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ponta Grossa. 2013.

SOARES. M. S. Materiais Baseados em óxidos de Nióbio e Alumínio Utilizados como Suportes para Catalisadores destinados à Propulsão de Satélites. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo. Lorena. 2017.

SUN, H., et al. (2023). "Stability, biomechanics and biocompatibility analysis following surface modification of titanium implants." *Journal of Orthopaedic Research*, 41(2), 345-356.

*Surface and Coatings Technology*,

TABABE, T.; OLIVEIRA, M. Aplicações de óxidos de nióbio em catálise heterogênea. *Revista Brasileira de Engenharia Química*, v. 18, n. 5, p. 219–228, 2011.

TANG, L.; GUO, Y.-F. Experimental Study of Special Purpose Stainless Steel on Electrochemical Machining of Electrolyte Composition Using Taguchi Method. *Materials and Manufacturing Processes*, 2023. DOI: 10.1080/10426914.2012.746784

WANG, Y., et al. (2023). "Advanced surface engineering of titanium materials for biomedical applications." *Materials Today Bio*, 20, 100583.

WU, J.; LIN, H.; ZHOU, X. Grey Taguchi Method for Optimizing Thermal Properties of Phase-Change Materials in Thermal Energy Storage Systems. *Energy Reports*, v. 10, p. 3200–3208, 2023.

WU, Z.; XIAO, H.; XIA, C.; XIA, Y.; WANG, Z. Optimization of Hot Embossing Condition Using Taguchi Method and Evaluation of Microchannels for Flexible On-Chip Proton-Exchange Membrane Fuel Cell. *Micromachines*, v. 15, n. 8, 2024. DOI: 10.3390/mi15081033.

XAVIER, L. G. D. O. TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE EM PEÇAS. Dissertação (Mestrado em Química). Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, p. 104. 2015.

YEROKHIN, A. L.; NIE, X.; et al. Plasma electrolysis for surface engineering. *Surface and Coatings Technology*, v. 122, n. 2-3, p. 73–93, 1999.

ZHANG, Y., et al. (2023). "Role of surface quality on biocompatibility of implants - A review." *Materials Today Bio*, 20, 100583.

ZHAO, J.; NOWAK, I.; ZIOLEK, M. Estruturas e aplicações catalíticas de óxidos de níobio. *Catalysis Today*, v. 123, p. 78–86, 2010.

ZHAO, L., et al. (2023). "Effect of microtopography on osseointegration of implantable biomaterials." *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 111(3), 456-467.

PARK, J. H. et al. Advances in the superhydrophilicity-modified titanium surfaces with antibacterial properties. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*, v. 11, p. 1000401, 2023.

WANG, Y. et al. Advanced surface engineering of titanium materials for biomedical applications. *Materials Today Bio*, v. 20, p. 100583, 2023.

LIU, Y. et al. Surface properties and biocompatibility of anodized titanium with a potential pretreatment for biomedical applications. *Metals*, v. 13, n. 3, p. 456, 2023.