

INFLUÊNCIA DA VELOCIDADE DE RETIRADA DO PROCESSO DE *DIP-COATING* USADO PARA APLICAR O FILME A BASE DE PERCURSORES DE ALCOÓXIDOS NO SUBSTRATO DE TITÂNIO

P. Marcolin^{a,*}, D.G. Salvador^b, R. Boniatti^d, S.R. Kunst^a

^aPGEPROTEC – Programa de Pós-graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias – Universidade de Caxias do Sul – UCS.

^bLCOR – Laboratório de Corrosão - Universidade de Caxias do Sul – UCS.

UFRGS

^dPPGEM – Programa de Pós Graduação de Minas Materiais e Metalurgia – Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS.

*Autor correspondente: Rua Francisco Getúlio Vargas, 1130, Caxias do Sul -RS – Brasil. E-mail: pmarcolin@ucs.br

RESUMO

A superfície do titânio foi modificada por um filme híbrido composto por silano, o qual se mostra promissor em alterar propriedades como rugosidade e molhabilidade e com isso obter uma superfície com maior potencial em se tornar bioativa. Neste contexto, se faz necessário avaliar alguns parâmetros que influenciam no processo de obtenção e aplicação do filme. Portanto o objetivo deste estudo é avaliar diferentes temperaturas de cura do filme híbrido e velocidades de retirada, para o processo dip-coating, na aplicação do filme de silano. As amostras foram caracterizadas por ensaios termoquímicos, físico-químicos e morfológicos. As análises indicam que a temperatura de 300°C atribuiu ao filme uma boa reticulação e a velocidade de emersão de 30 cm.min⁻¹ promoveu um filme uniforme, conferindo um comportamento hidrofóbico em relação aos demais sistemas.

Palavras-chave: Temperatura de cura, *dip-coating*, velocidade de retirada, titânio.

INTRODUÇÃO

O titânio é amplamente utilizado em dispositivos biomédicos, especialmente como implantes e em aplicações cardiovasculares, devido às suas propriedades desejáveis, tais como baixo módulo de elasticidade, boa resistência à fadiga, maleabilidade, usinabilidade, resistência à corrosão e biocompatibilidade. No entanto, o titânio e suas ligas não podem satisfazer todos os requisitos clínicos. Por conseguinte, a fim de melhorar as suas propriedades biológicas e químicas, a sua superfície é submetida a pré-tratamentos⁽¹⁾.

Neste contexto, estudos evidenciaram que a rugosidade e a molhabilidade do substrato, interferem diretamente no crescimento celular e conseqüentemente na interação osso e implante, pois osteoblastos humanos se aderem melhor a superfícies rugosas do que lisas e a adesão normalmente aumenta em superfícies com rugosidade média (Ra) em torno de 1 μm ^(2,3). Com relação à energia de superfície, a mesma está intimamente conectada com a molhabilidade superficial, onde estudos demonstram que as células se aderem em maior quantidade sobre superfícies hidrofílicas⁽⁴⁾. Portanto, para melhorar a interação implante/tecido, tem-se estudado diferentes processos de modificação da superfície do titânio, dentre eles, destacam-se os recobrimentos híbridos orgânicos-inorgânicos, que atribuem ao substrato certas propriedades como rugosidade uniforme, molhabilidade além de não serem tóxicos para o corpo humano⁽⁵⁾.

Os filmes híbridos de precursores de silanos são aplicados sobre o substrato pelo processo *dip-coating*, que consiste na imersão e emersão do substrato no sol-gel, a uma velocidade controlada. Posterior a aplicação do filme, os sistemas foram submetidos ao processo de cura, pois quando o metal é removido da solução hidrolisada, os grupos silanol restantes no filme condensam entre si, e, com o tempo, formam uma rede densa de Si-O-Si. Instantaneamente, as pontes de hidrogênio produzidas na interface com o substrato metálico também se convertem em ligações covalentes metalo-siloxanos. O aquecimento da amostra tratada a uma temperatura elevada por um determinado intervalo de tempo causa um aumento das reações de "cross-linking", produzindo camadas mais uniformes⁽⁶⁾.

O presente estudo tem como objetivo caracterizar a melhor temperatura de cura e a velocidade de emersão do processo *dip-coating*, com o intuito de obter um filme com rugosidade uniforme e sem fissuras sobre os substratos de titânio. Para

isso variou-se a temperatura de cura em 120, 300 e 450°C e as velocidade de emersão em 5, 10 e 30 cm.min⁻¹. Os sistemas foram caracterizados quanto ao seu comportamento termoquímico, físico-químico e morfológico e comparados ao sistema sem revestimento.

MATERIAIS E MÉTODOS

Como substrato foi utilizado o titânio Ti-Cp, grau 2, segundo norma ASTM F67. Os substratos de Ti-Cp foram polidos com lixas de carbetto de silício de grana 150, 600 e 1200, para nivelamento da superfície. Após esse processo, as amostras foram desengorduradas em detergente alcalino, lavadas em água destilada e imersas em banho ultrassônico em acetona e álcool etílico pelo tempo de 10 minutos⁽⁷⁾.

O sol-gel foi obtido a partir das reações de hidrólise dos precursores alcoóxidos TEOS e MTES nas proporções de silanos:água (1:2); água:álcool (1:1); água:ácido acético (7:1). A solução foi obtida com um pH entre 1,0 a 2,0 e o processo de hidrólise ocorreu por um período de 24 horas em temperatura ambiente⁽⁷⁾. Para avaliar o comportamento do sol-gel, em relação a temperatura de cura, o mesmo foi submetido a três diferentes temperaturas, 120, 300 e 450°C. A aplicação do sol sobre a superfície do substrato para a formação do revestimento foi realizada pela técnica de *dip-coating*, variando a velocidade de retirada em 5, 10 e 30 cm.min⁻¹ com tempo de imersão do substrato no sol de 5 minutos⁽⁷⁾. Posterior aplicação do sol, os sistemas foram levados ao forno por 30 minutos na temperatura de 300°C. Os sistemas foram identificados conforme a Tabela 1.

Tabela 1 - Descrição das amostras utilizadas.

Identificação	Descrição das amostras
MTES+TEOS 120	Filme híbrido MTES+TEOS curado à 120°C
MTES+TEOS 300	Filme híbrido MTES+TEOS curado à 300°C
MTES+TEOS 450	Filme híbrido MTES+TEOS curado à 450°C
MTES+TEOS_5	Amostra de titânio polida e com sol-gel aplicado a 5cm.min ⁻¹
MTES+TEOS_10	Amostra de titânio polida e com sol-gel aplicado a 10cm.min ⁻¹
MTES+TEOS_30	Amostra de titânio polida e com sol-gel aplicado a 30cm.min ⁻¹
Sem Filme	Amostra de Titânio polida e sem revestimento

Caracterização dos sistemas

A temperatura de cura foi avaliada por análise de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e análise termogravimétrica. A análise de FTIR será realizada em um espectrofotômetro Perkin Elmer – Spectrum Two FT – IR da Universidade Feevale de Porto Alegre. Cada espectro será obtido pela acumulação de 4 varreduras, com incidência de feixes na região do infravermelho na escala de 450 a 4000 cm^{-1} .

O ensaio termogravimétrico (TG) será realizado utilizando o equipamento da marca Shimadzu, modelo TGA-50, do Laboratório de Polímeros (LPOL) da Universidade de Caxias do Sul (UCS). A taxa de aquecimento utilizada será de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$ em atmosfera de ar, com temperaturas de 23 a 700°C .

A velocidade de emersão dos sistemas foi avaliada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Ângulo de Contato e Perfilometria.

A morfologia das amostras foi caracterizada por MEV utilizando o equipamento da marca Tescan modelo Mira 3, com um sistema computacional de aquisição de imagens. As amostras foram recobertas com uma camada de ouro através do Scanning Electron Microscopy (SEM) and X-Ray Microanalysis, pois a deposição de ouro melhora o nível de emissão de elétrons. Esta análise foi realizada no Laboratório Central de Microscopia da UCS.

O ensaio de ângulo de contato foi realizado pelo método da gota séssil, no Laboratório de Corrosão e Pesquisa da UCS. Para este ensaio, uma gota de água deionizada foi depositada sobre o revestimento com o auxílio de uma seringa B-D Yale 3D. O ângulo formado foi observado através de fotografias com lente de baixo aumento. Os resultados obtidos são uma média dos valores medidos em três pontos diferentes sobre a mesma amostra.

A rugosidade dos sistemas foi avaliada utilizando o perfilômetro da série Form Talysurf da empresa Taylor Hobson, do Laboratório de Caracterização de Superfícies a NanoEscala da UCS. O ensaio de perfilometria informa parâmetros da rugosidade na superfície, como Ra (rugosidade média); Rz (rugosidade absoluta, ou seja, a diferença entre o pico mais alto e mais baixo) e Rz1máx (máxima profundidade dos picos).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Caracterização da Temperatura de Cura

A Figura 1 apresenta os espectros no FTIR do sol após 24 horas de hidrólise e posterior a sua cura em quatro diferentes temperaturas.

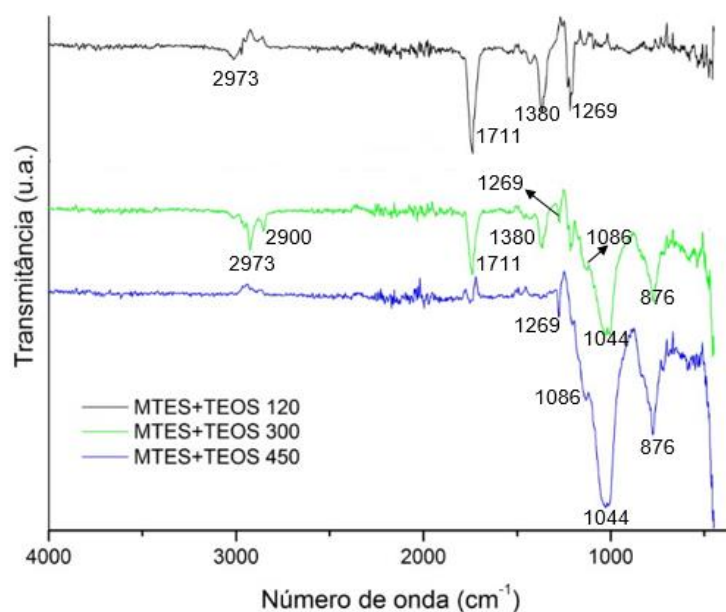


Figura 1 – Espectros no FTIR dos precursores alcoóxicos TEOS e MTES após 24 horas de hidrólise e posterior a cura em 120, 300 e 450°C.

O FTIR apresentou banda em 1711 cm^{-1} , que corresponde a deformação axial das ligações O-H. As bandas em 2973 e 2900 cm^{-1} são correspondentes ao estiramento simétrico e assimétrico do grupo funcional C-H (CH_2 e CH_3) e a banda em 1380 cm^{-1} ao estiramento simétrico do CH_2 . As bandas visualizadas em 1086 e 1044 cm^{-1} são referentes as ligações siloxanos (Si-O-Si) e as bandas em 1269 e 876 cm^{-1} correspondem ao estiramento simétrico da ligação Si- CH_3 ^(8,9).

Quando os espectros da Figura 1 são comparados, observa-se a presença pouco significativa da banda 1711 cm^{-1} , referente a deformação axial das ligações O-H, para o sistema MTES+TEOS 450, indicando que os solventes (água e álcool) foram removidos e conseqüentemente a cura completa do revestimento. Em relação ao sistema MTES+TEOS 300, a banda 1711 cm^{-1} , apresentou menor intensidade em comparação com o sistema MTES+TEOS 120, indicando temperaturas inferiores a 300°C não promovem a reticulação completa do filme.

Do mesmo modo, foi verificada a ausência da banda 2973 cm^{-1} para o sistema MTES+TEOS 450, referentes ao estiramento simétrico e assimétrico das ligações C-H, C-H₂ e C-H₃ e também a ausência da banda 1380 cm^{-1} , referente as deformações angulares das ligações C-H₂ e C-H₃, estes resultados indicam que o processo de cura eliminou os voláteis orgânicos (álcoois) inicialmente presentes no sol-gel em relação aos demais sistemas. Observou-se também que após a cura houve aumento nas bandas $1044, 1086\text{ cm}^{-1}$, correspondentes as ligações Si-O-Si^(8, 9). Sabe-se que durante a hidrólise ocorre a conversão de grupos silanóis (Si-O-C) em grupos siloxanos (Si-O-Si), logo, este resultado indica que a hidrólise, condensação e cura do revestimento foi completa, promovendo uma reticulação completa da rede (ligações covalentes e cruzadas). As bandas $876\text{ e }1269\text{ cm}^{-1}$ presente nos sistemas MTES+TEOS 300 e 450, referentes as ligações Si-CH₃ indicam a hidrólise incompleta de TEOS e MTES enquanto que para o sistema MTES+TEOS 120, esta banda não está presente devido a temperatura de cura ser inferior, indicando que a temperatura de 120°C influenciou na hidrólise do sistema e não da reticulação do mesmo.

A Figura 2 apresenta os termogramas por TG dos precursores alcoóxidos TEOS e MTES, após cura a $120, 300\text{ e }450^{\circ}\text{C}$.

O sistema MTES+TEOS_5, conforme discutido na Figura 3, apresentou um filme uniforme o que pode ter influenciado no comportamento mais hidrofílico em relação aos demais sistemas⁽¹²⁾. Superfícies de sólidos com menores rugosidades podem promover alterações locais nas energias de superfície, proporcionando assim, a obtenção de valores de ângulo de contato diferentes de uma condição de equilíbrio⁽¹³⁾. Nesse contexto, a rugosidade promovida pelo polimento do sistema MTES+TEOS_5 diminui a energia de superfície da liga, o que foi constatado pelos resultados obtidos na análise de ângulo de contato. No entanto para os MTES+TEOS_10 e MTES+TEOS_30 os maiores valores para o ângulo de contato também podem estar relacionados com a rugosidade do filme, uma vez que a rugosidade proveniente do polimento e não uniformizada pelo filme de silano pode ter aumentado a energia de superfície da liga caracterizando o comportamento mais hidrofóbico em relação ao sistema MTES+TEOS_5⁽¹³⁾.

Para as amostras MTES+TEOS 300 e 450 observa-se apenas um estágio de degradação com perda de massa gradual e uniforme, sendo assim, as temperaturas selecionadas foram suficientes para reações de condensação dos grupos silanóis

resultando em uma boa reticulação do filme e promovendo estabilidade térmica necessária para a aplicação desejada. Além disso, não foi observado evento significativo para perda de massa por evaporação dos solventes etanol e/ou água em todas as temperaturas de cura testadas, indicando que essas foram suficientes para permitir a evaporação de todos os solventes. Esse resultado foi confirmado pela análise de FTIR, na qual as bandas de deformação axial do OH foram praticamente inexistentes. O sistema MTES+TEOS 120, apresentou dois estágios de degradação indicando que a temperatura não foi suficiente para remoção completa dos solventes e a cura do filme ocorreu de forma incompleta.

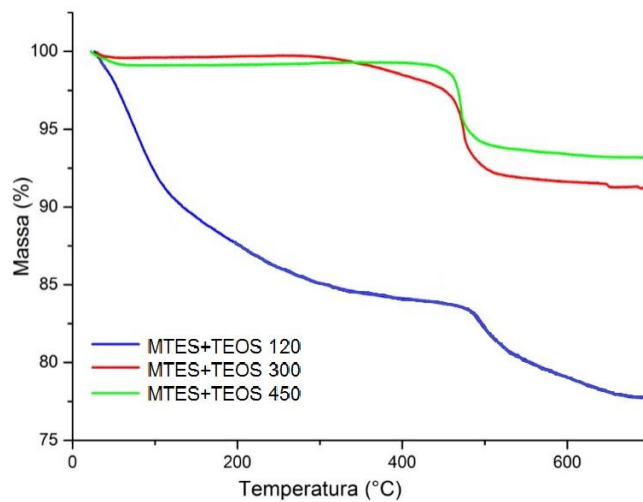


Figura 2 - Termogramas no TG dos precursores alcoóxidos TEOS e MTES, do sol após 24 horas de hidrólise e após cura a 120, 300 e 450°C.

Conforme os resultados obtidos na caracterização da melhor temperatura de cura, os sistemas MTES+TEOS 300 e 450 mostraram comportamento similar nas análises realizadas. Desta forma, devido aos custos energéticos, o sistema MTES+TEOS 300 foi selecionado, sendo assim o estudo referente a caracterização da velocidade de retirada pelo método *dip-coating*, irá adotar os parâmetros de cura estabelecidos para o sistema MTES+TEOS 300.

Caracterização da velocidade de retirada do método *dip-coating*

Na Figura 3 são apresentadas as micrografias obtidas por MEV para todos os sistemas estudados.

Como observado nas micrografias, o titânio sem filme e o sistema MTES+TEOS_30 apresentaram uma superfície irregular que pode estar relacionado com processo de polimento. Conforme relatado por outros autores, em estudos sobre a morfologia do titânio polido, a irregularidade da superfície pode ser proveniente da operação de polimento realizado como pré-tratamento⁽¹⁰⁾. Além disso observa-se que para a amostra MTES+TEOS_30 o filme não foi capaz de promover o nivelamento da superfície, indicando a formação de um filme heterogêneo⁽¹¹⁾. Os sistemas MTES+TEOS_5 e MTES+TEOS_10 apresentaram uma superfície mais regular com ausência de microfissuras no filme em relação ao MTES+TEOS_30. Entretanto, o sistema MTES+TEOS_5 apresentou uma superfície mais homogênea, em comparação ao sistema MTES+TEOS_10, o qual observa-se pequenos sulcos, formados provavelmente no processo de polimento das amostras, indicando que a espessura do filme formado é baixa, uma vez que esse contornou os picos e vales decorrentes do polimento sem cobri-los totalmente. Para o sistema MTES+TEOS_5 o filme proporcionou uma ancoragem superior ao sistema, evidenciada pelo nivelamento da superfície do substrato.

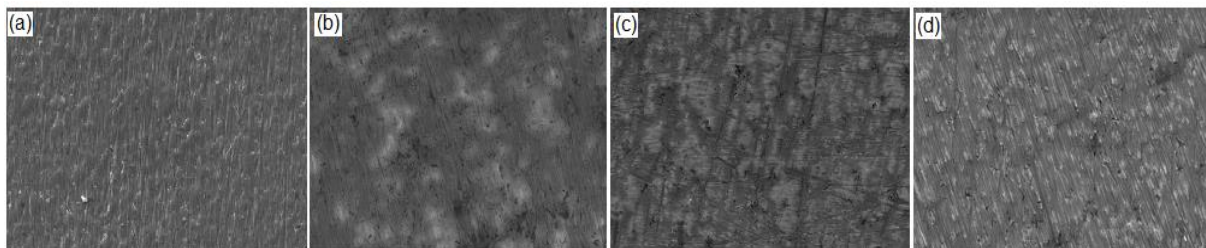


Figura 3 - Morfologia de topo analisada por micrografias obtidas ao MEV das amostras sendo, a) amostra sem filme; b) MTES+TEOS_5; c) MTES+TEOS_10 e d) MTES+TEOS_30

A Figura 4 mostra os resultados obtidos para a análise do ângulo de contato pelo método da gota séssil para os diferentes pré-tratamentos de superfície estudados, assim como, para a liga sem revestimento.

Os sistemas MTES+TEOS_10 e MTES+TEOS_30 apresentaram os maiores valores de ângulo de contato, seguido pela amostra sem revestimento e MTES+TEOS_5, indicando que o pré-tratamento do substrato, assim como, o revestimento organossilano posteriormente aplicado, influenciam na hidrofobicidade da superfície. O sistema MTES+TEOS_5, conforme discutido na Figura 3, apresentou um filme uniforme o que pode ter influenciado no comportamento mais

hidrofílico em relação aos demais sistemas⁽¹²⁾. Superfícies de sólidos com menores rugosidades podem promover alterações locais nas energias de superfície, proporcionando assim, a obtenção de valores de ângulo de contato diferentes de uma condição de equilíbrio⁽¹³⁾. Nesse contexto, a rugosidade promovida pelo polimento do sistema MTES+TEOS_5 diminui a energia de superfície da liga, o que foi constatado pelos resultados obtidos na análise de ângulo de contato. No entanto para os MTES+TEOS_10 e MTES+TEOS_30 os maiores valores para o ângulo de contato também podem estar relacionados com a rugosidade do filme, uma vez que a rugosidade proveniente do polimento e não uniformizada pelo filme de silano pode ter aumentado a energia de superfície da liga caracterizando o comportamento mais hidrofóbico em relação ao sistema MTES+TEOS_5⁽¹³⁾.



Figura 4 – Imagens obtidas para determinação do ângulo de contato.

A Tabela 2 apresenta os parâmetros de Ra, Rz e Rz1máx obtidos pelo ensaio de perfilometria para todos os sistemas. Não houve variação significativa de rugosidade média entre os sistemas sem filme e MTES+TEOS_30, o que pode estar relacionado com a morfologia do filme, pois como observado na Figura 3, o sistema MTES+TEOS_30 apresentou um filme com uma espessura fina, em relação aos demais sistemas estudados, a qual ficou evidenciada pela sua incapacidade de promover o nivelamento da superfície, devido a presença dos sulcos do polimento, indicando a formação de um filme heterogêneo e de baixa espessura⁽¹⁴⁾.

Por outro lado, o sistema MTES+TEOS_10, apresentou maiores valor de Rz, isso pode estar relacionado com a superfície mais irregular, conforme discutido na Figura 3, em relação ao sistema MTES+TEOS_5. Os menores valores de Rz atribuídos a este sistema podem estar relacionados com uma melhor ancoragem e

uniformidade do filme o que propiciou um certo nivelamento da superfície; uma vez que, a rugosidade medida para esse sistema, conforme ilustrado na Figura 3, deve-se apenas aos pequenos sulcos formados no polimento, os quais não foram nivelados pela fina espessura da camada siloxano (DEFLORIAN; ROSSI; FEDRIZZI, 2006).

Tabela 2 - Codificação das amostras e parâmetros do processo de anodização para determinação da melhor concentração de HF em eletrólito.

Amostra	Rugosidade da Superfície		
	Ra(μm)	Rz(μm)	Rz1máx(μm)
Sem filme	0,25 (\pm 0,21)	1,39 (\pm 0,28)	1,80 (\pm 0,23)
MTES+TEOS_5	0,15 (\pm 0,12)	1,04 (\pm 0,16)	1,40 (\pm 0,17)
MTES+TEOS_10	0,19 (\pm 0,14)	1,36 (\pm 0,27)	1,87 (\pm 0,21)
MTES+TEOS_30	0,23 (\pm 0,17)	1,33 (\pm 0,24)	1,94 (\pm 0,25)

CONCLUSÃO

Conforme os resultados obtidos para na caracterização da melhor temperatura de cura, o sistema MTES+TEOS 450, apresentou resultados mais favoráveis, onde no ensaio de FTIR foi possível observar que a esta temperatura ocorreu a reticulação completa do filme de TEOS e MTES. No entanto, os sistemas MTES+TEOS 300 e 450 se mostraram similares devido a hidrólise incompleta do sol-gel. Na análise TG, os sistemas MTES+TEOS 300 e 450, não apresentaram diferenças significativas em seu comportamento. Portanto, devido aos custos energéticos, o sistema MTES+TEOS 300, se mostra promissor no processo de cura do filme híbrido de silano.

Em relação a velocidade de retirada, o sistema MTES+TEOS_5 apresentou resultados promissores, onde no ensaio de MEV mostrou uma superfície nivelada e uniforme. Em relação a rugosidade, a mesma permaneceu dentro dos parâmetros citados na literatura, onde o valor de Ra deve estar em abaixo de 1 μm . Quanto a hidrofobicidade, o MTES+TEOS_5 apresentou uma superfície mais hidrofílica, o que destaca esse sistema dos demais estudados, pois segundo a literatura as células se aderem em maior quantidade sobre superfícies hidrofílicas

Portanto, pode-se concluir que o filme híbrido de silano MTES+TEOS, alteraram de forma positiva a superfície do titânio, sendo os sistemas MTES+TEOS

300 e MTES+TEOS_5 promissores para a cura e aplicação do filme pelo processo de *dip-coating*.

REFERÊNCIA

- (1) Liu, X.; Chu P. K.; Ding, C. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. *Materials Science and Engineering R*, v. 47, p. 49-121, 2004.
- (2) Hotchkiss, K. M.; Reddy, G. B.; Hyzy, S. L.; Schwartz, Z.; Boyan, B. D.; Olivares-Navarrete, R. Titanium surface characteristics, including topography and wettability, alter macrophage activation. *Acta Biomaterialia*, v. 31, p. 425-434, 2016.
- (3) Pfeiffer, F.; Herzog, B.; Kern, D.; Scheideler, L.; Gerstorfer, J.G.; Wolburga, H. Cell reactions to microstructured implant surfaces. *Microelectronic Engineering*, v. 67–68, p.913–922, 2003.
- (4) Ponsonnet, L.; Reybier, K.; Jaffrezic, N.; Comte, V.; Lagneau, C.; Lissac, M.; Martelet, C. Relationship between surface properties (roughness, wettability) of titanium and titanium alloys and cell behaviour. *Materials Science and Engineering: C*, v. 23, p. 551–560, 2003.
- (5) Zhao, J.; Milanova, M.; Warmoeskerken, M. M. C. G; Dutschk, V. Surface modification of TiO₂ nanoparticles with silane coupling agents. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 413, p. 273–279, 2012.
- (6) Franquet, A.; Pen, C. L.; Terryn, H.; Vereecken, J. Effect of bath concentration and curing time on the structure of non-functional thin organosilane layers on aluminium. *Electrochimica Acta*, v. 48, p. 1245-1255, 2003.
- (7) Wang, M.; Wang, Y.; Chen, Y.; Gu, H. Improving endothelialization on 316L stainless steel through wettability controllable coating by sol–gel technology. *Applied Surface Science*, v. 268, p.73– 78, 2013.
- (8) Criado, M.; Sobrado, I.; Sanz, J. Polymerization of hybrid organic–inorganic materials from several silicon compounds followed by TGA/DTA, FTIR and NMR techniques. *Progress in Organic Coatings*, v.77, p.880–891, 2014.
- (9) Cui, S.; Liu, Y.; Fan, M.; Cooper, A.T.; Lin, B.; Liu, X.; Han, G.; Shen, X. Temperature dependent microstructure of MTES modified hydrophobic silica aerogels. *Materials Letters*, v, 65, p. 606–609, 2011.

- (10) Souza, J. C. M.; Barbosa, S. L.; Ariza, E. A.; Henriques, M.; Teughels, W.; Ponthiaux, P.; CELis, J.; Rocha, L. A. How do titanium and Ti6Al4V corrode in fluoridated medium as found in the oral cavity? An in vitro study. *Materials Science and Engineering: C*, v. 47, p. 384-393, 2015.
- (11) KUNST, S. R. Filmes híbridos modificados com agentes flexibilizantes para uso como revestimento barreira e como pré-tratamento de folha de flandres para aplicação de tinta UV. 2015, 178p. Tese de Doutorado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal Do Rio Grande Do Sul, Porto Alegre, 2015.
- (12) SHIRTCLIFFE, N. J.; MCHALE, G.; ATHERTON, S.; NEWTON, P. M. An introduction to superhydrophobicity. *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 161, p. 124-138, 2010.
- (13) LUZ, A. P.; RIBEIRO, S.; PANDOLFELLI, V. C. Artigo revisão: Uso da molhabilidade na investigação do comportamento de corrosão de materiais refratários. *Cerâmica*, v. 54, p. 174-183, 2008.
- (14) GUILHERME, A. S.; HENRIQUES, G. E. P.; ZAVANELLI, R. A.; MESQUITA, M. F. Surface roughness and fatigue performance of commercially pure titanium and Ti-6Al-4V alloy after different polishing protocols. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 93, p. 378-385, 2005.

INFLUENCE OF WITHDRAWAL SPEED FOR THE PROCESS DIP-COATING USED FOR APPLYING THE SILANOS PRECURSORS ON THE SUBSTRATE OF TITANIUM

RESUMO

The titanium surface was modified by a hybrid film composed of silane, which efficient shows change in properties as roughness and wettability and thus to obtain a surface with the greatest potential to become bioactive. In this context, it is necessary to evaluate some parameters that influence in the acquisition and application of the film process. Therefore the aim of this study is to evaluate different curing temperatures the hybrid film and of speed withdrawal for the dip-coating process, to application of silane film. The samples were characterized by

thermochemical, physicochemical and morphological tests. Analyses indicate that the temperature of 300 ° C gave the film a good cross-linking and the withdrawal speed of 30 cm.min⁻¹ promoted a uniform film, giving a hydrophobic behavior compared to other systems.

Key-words: *curing temperature, dip coating, speed withdrawal, titanium.*