

Raysa Andrade de Souza

Aplicação de Difração de raios X para caracterização de biomateriais

Caraguatatuba

2022

RAYSA ANDRADE DE SOUZA

Aplicação de difração de raios X para caracterização de biomateriais

Trabalho de conclusão de curso
apresentado ao Instituto Federal de
Educação, Ciência e Tecnologia de São
Paulo, campus de Caraguatatuba para
obtenção do título de graduado em
Licenciatura em Física.
Orientador: Prof. Dr. José Roberto
Severino Martins Júnior

Caraguatatuba

2022

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Serviço de Biblioteca e Documentação do IFSP Câmpus Caraguatatuba

Souza, Raysa Andrade de

S279a Aplicação de difração de raios X para caracterização de biomateriais. / Raysa Andrade de Souza. -- Caraguatatuba, 2022.
36 f. : il.

Orientador: Prof. Dr. José Roberto Severino Martins Júnior.
Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Física) --
Instituto Federal de São Paulo, Caraguatatuba, 2022.

1. Física. 2. Difração de raios X. 3. Estruturas cristalinas. 4.
Liga de titânio. I. Martins Júnior, José Roberto Severino, orient.
II. Instituto Federal de São Paulo. III. Título.

CDD: 530

Ficha catalográfica elaborada por Elis Regina Alves dos Santos
Bibliotecária - CRB 8/8099



**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE SÃO PAULO
CÂMPUS CARAGUATATUBA
FUC COORD CURSO SUP LICENC MATEMATICA**

OFÍCIO N.º 77/2022 - CMAT-CAR/DAE-CAR/DRG/CAR/IFSP

Nome: SOUZA, Raysa Andrade de

Título: Aplicação de Difração de raios X para caracterização de biomateriais

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Estado de São Paulo, câmpu Caraguatatuba para a obtenção do título de graduado em Licenciatura em Física.

Aprovado em: 9, Fevereiro de 2022

Banca Examinadora

Prof(a). José Roberto Severino Martins Jr

Instituto Federal de São Paulo - Câmpus Caraguatatuba

Julgamento: Aprovada

Prof(a). Nadjara dos Santos

Instituto Federal de São Paulo - Câmpus Caraguatatuba

Julgamento: Aprovada

Prof(a). Esdras Nicoletto da Cunha

Instituto Federal de São Paulo – Câmpus Caraguatatuba

Julgamento: Aprovada

Documento assinado eletronicamente por:

- **Jose Roberto Severino Martins Junior**, PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO, em 15/02/2022 19:27:33.
- **Esdra Nicoletto da Cunha**, PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO, em 15/02/2022 19:44:02.
- **Nadjara dos Santos**, PROF ENS BAS TEC TECNOLOGICO-SUBSTITUTO, em 15/02/2022 20:29:18.

Este documento foi emitido pelo SUAP em 14/02/2022. Para comprovar sua autenticidade, faça a leitura do QRCode ao lado ou acesse <https://suap.ifsp.edu.br/autenticar-documento/> e forneça os dados abaixo:

Código Verificador: 296464

Código de Autenticação: 65e47325fa



OFÍCIO N.º 77/2022 - CMAT-CAR/DAE-CAR/DRG/CAR/IFSP

AVENIDA BAHIA, 1739, INDAIÁ, CARAGUATATUBA / SP, CEP 11665-071

A Deus por ligar a minha vida a de pessoas maravilhosas: mãe, meu falecido pai, irmãos e meu noivo. Eu amo você

AGRADECIMENTOS

Meu primeiro agradecimento é para Deus, pois sem ter uma fé metade do que aconteceu em minha vida não seria tão bom.

Agradeço imensamente ao meu orientador. Em nossas reuniões conheci um professor extremamente paciente, gentil, acolhedor e dedicado ao seu trabalho e família. Trouxe-me muitas risadas e companheirismo durante a realização desse trabalho.

Estendo meus agradecimentos a todos que trabalham no IF, pois me acolhem desde meus 15 anos, brinco falando que é minha primeira casa por passar tantas horas do dia nesse campus, onde também me presenteou com o futuro professor de matemática mais lindo do mundo o qual irei me casar em breve.

Por falar nele, agradeço ao meu noivo pela paciência em me ensinar conteúdos da matemática ao qual não tenho tanto domínio, por ficar no final de semana comigo em casa estudando ao invés de aproveitar praia, família, amigos ou outro lazer.

Agradeço imensamente a minha família, mil vezes mais a minha mãe, pois ela me ensinou a nunca desistir. Por dizer milhões de vezes ao dia “já fez o tcc?”, ela foi meu alarme durante meses dedicados ao trabalho de conclusão. Agradecer a ela que sempre ensinou aos seus filhos que a maior riqueza é os estudos. Agradecer por ser a melhor mãe do mundo.

Por último, mas não menos importante, aos professores que lecionaram no curso de Física, vocês são os melhores professores, ensinaram que ensinar vai muito além de passar um conteúdo em sala, que o ambiente da escola pode ser acolhedor e um local de compartilhar ideias. Agradeço por me ensinar práticas pedagógicas em uma disciplina de exatas, por compartilharem seus conhecimentos com tanto saber e amor.

RESUMO

O tema desse trabalho trata sobre as técnicas de difração de raios X para caracterização da estrutura cristalina a qual caracteriza as ligas de titânio. Muitas propriedades dos elementos são vistas através da classificação do organizado arranjo de átomos ao longo de sua estrutura. Saber a fase que essa liga de titânio pertence ao longo de alguns estágios de fusão, choques térmicos e misturas com alguns gases pode indicar o quão benéfico e necessário esse elemento é, em estado homogêneo da liga, para uso biomédico. Para encontrar respostas sobre essas questões foi imprescindível pesquisar em artigos e literaturas científicas especializadas na área de difração de raios e estruturas cristalinas de metais. Para tanto, os dados revisados e estudados entraram em concordância com a parte experimental e teórica deste trabalho.

Palavras-chave: difração de raios X, estruturas cristalinas, liga de titânio.

ABSTRACT

The theme of this work deals with the X-ray diffraction techniques for characterization of the crystalline structure to qualify as titanium alloys. Many properties of elements are seen through the classification of the organized arrangement of atoms along their structure. Knowing the phase that this titanium alloy belongs to during some melting stages, thermal shocks and mixtures with some gases can indicate how beneficial and necessary this element is, in the homogeneous state if the alloy, for biomedical use. To find answers to these questions, it was essential to research articles and scientific literature specialized in the field of ray diffraction and metal crystal structures. Therefore, the revised and studied data came into agreement with the experimental and theoretical part of this work.

Keywords: X- ray diffraction, crystal structures, titanium alloys

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1- ESTRUTURA CRISTALINA CÚBICA DE FACES CENTRADAS	11
FIGURA 2 - ESTRUTURA CRISTALINA CÚBICA DE CORPO CENTRADO	13
FIGURA 3 - ESTRUTURA CRISTALINA HEXAGONAL COMPACTA.....	14
FIGURA 4 - CLASSIFICAÇÃO DAS ESTRUTURAS CRISTALINAS COM PARÂMETRO DE REDE.....	15
FIGURA 5 - ESQUEMA MILLER-BRAVAIS	16
FIGURA 6 – ESPECTRO ELETROMAGNÉTICO	18
FIGURA 7 - ESPECTRO DE RAIOS X DO MOLIBDÊNIO	19
FIGURA 8 - PROPRIEDADE DO RAIOS X	21
FIGURA 9 - RELAÇÃO DAS CONSTANTES	22
FIGURA 10 - TUBO DE RAIOS X INTERNO.....	23
FIGURA 11 - DIFRAÇÃO DE RAIOS X COM EFEITO DE DISPERSÃO.....	25
FIGURA 12 - LEI DE BRAGG.....	26
FIGURA 13- DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DE UM DIFRATÔMETRO DE RAIOS X	27
FIGURA 14 - DIFRATOGRAMA DAS LIGAS DE TITÂNIO.....	31
FIGURA 15 - GÁS CONTIDO NA LIGA TI-MO	32
FIGURA 16 - LIGA DE TI-15MO APÓS FUSÃO E APÓS CHOQUE TÉRMICO	32

SUMÁRIO

1	Introdução e fundamentação teórica.....	9
1.1	Estruturas dos sólidos cristalinos em metais.....	10
1.1.1	<i>Estrutura cristalina cúbica de faces centradas.....</i>	11
1.1.2	<i>Estruturas cristalinas de cúbicas de corpo centrado</i>	12
1.1.3	<i>Estrutura cristalina hexagonal compacta.....</i>	13
1.2	Densidade da estrutura do sólido cristalina	14
1.3	Polimorfismo e alotropia	14
1.4	Sistemas Cristalinos.....	15
1.5	Direções e Planos cristalográficos	16
1.6	Raios X	17
1.6.1	Radiações Eletromagnéticas	18
1.6.2	Produção contínua de raios X.....	18
1.6.3	Característica do espectro	19
1.6.4	Filtros.....	22
1.6.5	Produção de raios x.....	23
1.6.6	Precauções	24
1.6.6.1	<i>Choque elétrico.....</i>	24
1.6.6.2	<i>Perigo da radiação</i>	24
1.7	Difração de raios X.....	24
1.7.1	Técnicas de difração	27
2.	Objetivos.....	28
2.1	Objetivos específicos	28
3.	Metodologia.....	29
4.	Resultados e discussões.....	30
	Conclusão	34

1 Introdução e fundamentação teórica

Materiais que são desenvolvidos para serem implantados ou utilizados como próteses externas em seres humanos são conhecidos como biomateriais. Para melhorar a qualidade de vida das pessoas, estudiosos pesquisam e estudam elementos e substâncias mais adequados para os biomateriais para que esses não causem danos ao corpo, como por exemplo, problemas neurológicos e desconforto. Diante disso, pode-se afirmar que os biomateriais construídos e estudados até hoje têm como objetivo proporcionar melhor qualidade de vida.

Devido aos estudos de biomateriais, muitas pessoas que perderam membros do corpo por acidente ou algum membro perdeu sua função, podem ter novamente seus movimentos (totais ou parciais).

Segundo Martins Jr (2014) para se obter êxito na produção de biomateriais compatíveis com o sistema biológico do corpo é necessária uma boa combinação entre propriedades físicas e químicas, onde o titânio e suas ligas se encaixam nessa descrição. O titânio, Ti (tabela periódica), é um metal de transição leve e possui um alto ponto de fusão. Uma boa característica e vantagem desse metal no uso de biomaterial é sua ótima resistência à corrosão, dentre outras destaca Martins Jr (2014, p. 21):

A metalurgia do titânio mostra que este elemento é o único metal leve que apresenta dimorfismo, isto é, passa por uma transformação alotrópica em torno de 885°C, passando de uma estrutura cristalina hexagonal compacta (fase α) para uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (fase β).

As fases julgadas são as quais os átomos agrupados dão a forma estrutural do elemento. Existem diferentes formatos geométricos para estruturais cristalinas, porém para os metais são encontrados em três simples estruturas; cúbica de corpo centrado, cúbica de faces centrada e hexagonal compacta. Propriedades importantes são definidas quando se sabem o formato do arranjo de átomos estruturando o formato do metal. (CALLISTER, 2002).

Confirmando, descreve Park e Lakes (2007, p. 107):

Embora um grande número de ligas de titânio tenha sido desenvolvido, elas podem ser agrupadas em três grandes categorias como liga α , liga β e ligas α - β . Suas propriedades são dependentes de microestruturas que, por sua vez, depende da composição química e do processamento termomecânico.

Diferenciar as fases caracteriza o que as ligas de titânio trariam consigo para melhorar a adaptação do indivíduo que a usaria. A fase α traz importante consideração para uso biomédico, como resistência à corrosão enquanto a fase β traz maior elasticidade e menor resistência mecânica. (MARTINS; GRANDINI, 2012). Para obter certas características é preciso encontrar elementos que se estabilizam dentro dessas fases, e tenham compatibilidade entre si para se homogeneizar.

Para isto, o presente trabalho buscou revisar literaturas científicas especializadas na área para conhecer os biomateriais, excepcionalmente ligas de titânio que contenham essas particularidades. Para tanto é preciso saber mais sobre as estruturas cristalinas desses metais e como são determinadas, isso é possível através da técnica de difração de raios X.

Caracterização das estruturas cristalinas da liga de titânio pode ser vista através da técnica de difração de raios X. Essa radiação, descoberta por Wilhem Conrad Roentgen, proporcionou um grande avanço na ciência. Impactos revolucionários que a olho nu não é possível observar, como a radiação X que facilmente passa pelos tecidos no corpo e é absorvida pelo osso, sendo possível reproduzir imagens internas do nosso corpo usando a radiografia. Os raios X, através da técnica de difração, nos permite coletar os dados causados pelo impacto de feixes de raios em alvo de metal através do difratômetro.

A técnica de difração de raios X descreve caminhos percorridos por ondas que contem o seu comprimento muito pequeno, e após colidirem com os átomos agrupados na estrutura cristalina do metal alvo tem suas reflexões construtivas e sendo detectadas por um difratômetro produzindo um espectro que levará a observar suas fases. Para isso, foi escolhida a técnica de difração de raios X usada como estudo deste trabalho, pois é possível observar a fase da liga de titânio descrevendo suas propriedades estruturais.

1.1 Estruturas dos sólidos cristalinos em metais

Algumas propriedades de materiais sólidos cristalinos se obtêm através de sua estrutura. (CALLISTER, 2002). Existem dois tipos de estruturas cristalinas, as simples usadas para os metais e as mais complexas usadas em materiais cerâmicos e polímeros.

De acordo com Callister (2002, p. 21, grifo do autor) “Algumas das propriedades dos sólidos cristalinos dependem da **estrutura cristalina** do material, ou seja, da maneira segundo a qual os átomos, íons ou moléculas estão arrançados espacialmente”. Metais em seu estado de solidificação demonstram organização e ordem em sua estrutura. Os átomos ou íons aos quais formam a estrutura cristalina podem ser descritos como esferas sólidas e por conta de sua solidez tem-se um diâmetro bem definido, esse fenômeno é descrito como modelo da esfera rígida atômica. No estudo de estrutura cristalina simples para metais encontramos esse feito. Há outras duas importantes características de estruturas cristalinas como, o fator de empacotamento e o número de coordenação, que serão descritos mais para frente. Para se compreender esse organizado arranjo de esferas sólidas atômicas ao longo de uma estrutura cristalina, é preciso separar um pequeno e específico volume repetido dessa estrutura cristalina, chamadas células unitárias. “[...] a célula unitária consiste na unidade estrutural

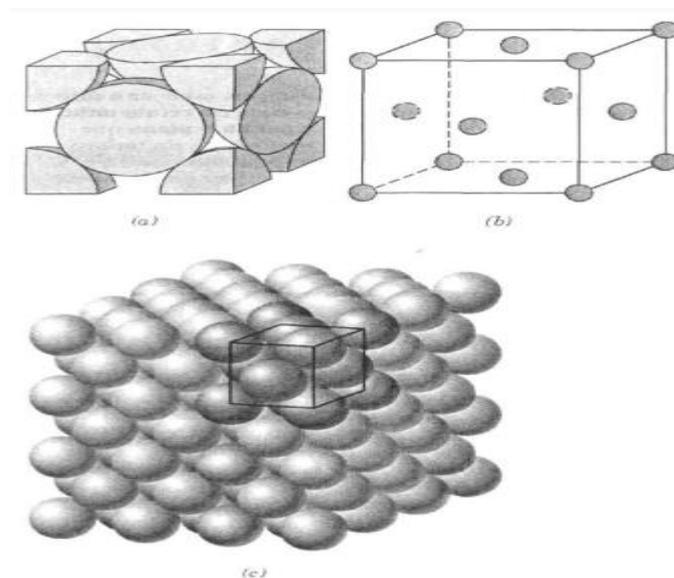
básica ou bloco de construção básico da estrutura cristalina e define a estrutura cristalina em virtude da sua geometria e das posições dos átomos no seu interior”. (CALLISTER, 2002, p. 21).

Os formatos geométricos das células unitárias em estruturas cristalinas são de um paralelepípedo ou prisma (CALLISTER, 2002) e para ser escolhido uma célula unitária em uma estrutura de cristal é preciso testar sua simetria em todas as translações ao longo dos organizados retículos desse sólido geométrico. São encontradas três simples e comuns estruturas cristalinas para os metais, são elas: cúbica de faces centradas, cúbica de corpo centrado, e hexagonal compacta.

1.1.1 Estrutura cristalina cúbica de faces centradas

“A estrutura cristalina encontrada em muitos metais possui uma célula unitária com geometria cúbica, com os átomos localizados em cada um dos vértices e nos centros de todas as faces do cubo” (CALLISTER, 2002, p. 22), esta estrutura cristalina é chamada de cúbica de faces centradas, conhecida pela sigla **CFC**.

Figura 1- Estrutura cristalina cúbica de faces centradas



Fonte: CALLISTER (2002, p. 36).

Na fig. 1 c observa-se a formação do aglomerado de átomos ao longo da figura geométrica que se tocam entre si sendo visível a forma pelo quais estão posicionados os átomos de forma organizada e segue-se uma norma repetitiva nesse padrão tridimensional, para melhor visualização a fig. 1 b minimiza os átomos contidos no cubo traçados na figura posterior com o intuito de expor apenas o centro deles para mais favorável interpretação de como esse arranjo é metódico em sua organização dentro da célula unitária. Na representação da Fig. 1 a é visto a projeção de uma célula unitária em forma geométrica de cubo mostrando

as três faces paralelas contendo dentro dos limites do cubo frações das esferas rígidas que representa um núcleo iônico, pois segundo Callister (2002, p. 22) “[...], no caso de metais, ao se realizar o modelo de esferas rígidas para representar a estrutura cristalina, cada esfera representa um núcleo iônico”.

As esferas ao longo das faces do cubo se encostam uma as outras traçando uma diagonal, chamada diagonal de face, equivalente ao valor de $4R$. Sabendo que o volume do cubo é dado por a^3 , então cada aresta da célula unitária em formato de cubo terá o comprimento a . A partir do triângulo pitagórico formado terá a seguinte expressão (1):

$$a^2 + a^2 = (4R)^2 \quad (1)$$

Ao resolvermos para a , conseguimos calcular qual o volume de uma célula unitária para um CFC dada pela equação 2:

$$a = 2R\sqrt{2} \quad (2)$$

A estrutura cristalina do CFC tem uma característica importante para ter sempre esse arranjo de átomos em uma posição de peculiaridade, os átomos que estão arranjados ao longo da célula unitária demonstrada na Fig. 1 a possuem sempre 12 átomos em contato ou ao seu redor, esse fenômeno é chamado de número de coordenação. Outra considerável característica do CFC é o fator de empacotamento, “Para a estrutura CFC, o fator de empacotamento é de 0,74 que consiste no máximo empacotamento possível para um conjunto de esferas onde todas possuem o mesmo diâmetro”. (CALLISTER, 2002, p. 23). Para calcular-se o valor de empacotamento, segue-se a Eq 3:

$$FEA = \frac{\text{volume de átomos em uma célula unitária}}{\text{volume total da célula unitária}} \quad (3)$$

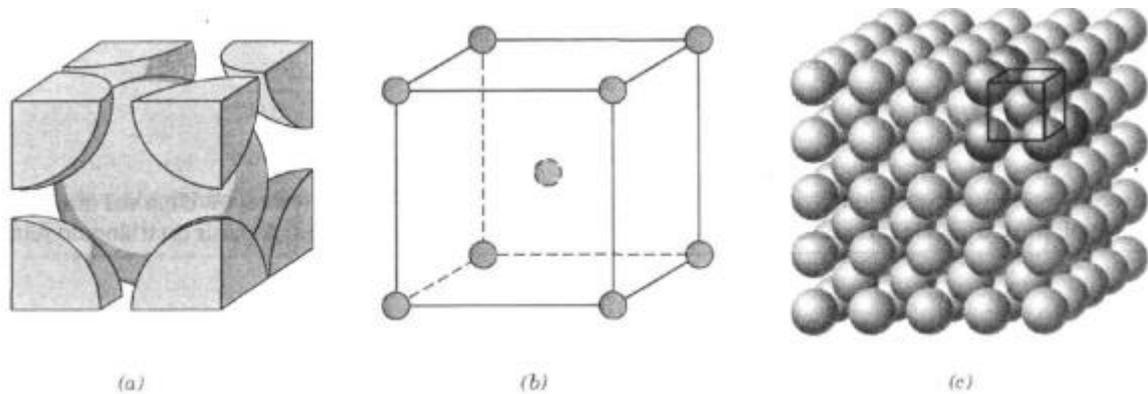
O máximo do valor de empacotamento é 1, e os metais possuem um valor alto para potencializar a proteção dada pela nuvem de elétrons livres.

1.1.2 Estruturas cristalinas de cúbicas de corpo centrado

Encontramos também uma célula unitária cúbica em outra estrutura cristalina conhecida como cúbica de corpo centrado (CCC), porém os átomos se arranjam diferentemente da estrutura cristalina de CFC, contendo apenas um átomo ao centro e em cada

vértice do cubo um átomo. (CALLISTER, 2002, p. 23).

Figura 2 - Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado



Fonte: CALLISTER (2002, p. 23).

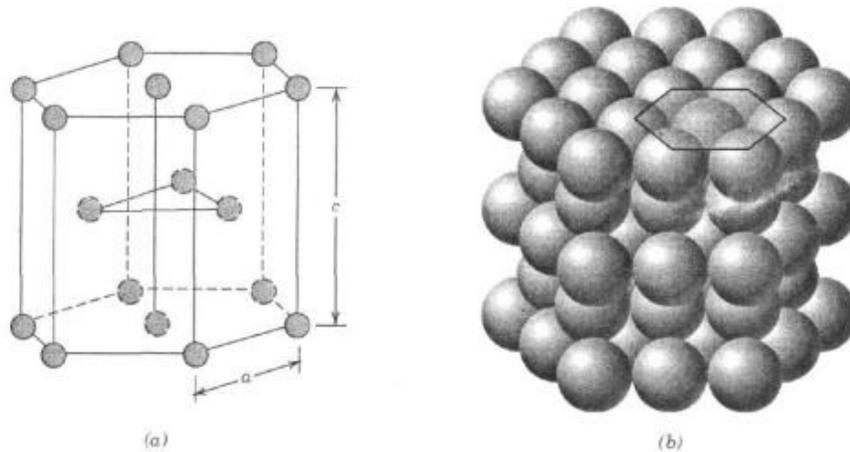
A Fig. 2 c demonstra a estrutura cristalina de CCC assim como no caso da CFC observar-se a peculiaridade da organização dos átomos que descrevem essa formação. Na Fig. 2a na representação da célula unitária demonstra o que foi escrito acima. As esferas rígidas se encontram no vértice desse cubo e diferentemente da estrutura cristalina CFC encontra-se apenas uma esfera rígida ao centro, como pode ser visto na Fig. 2b onde são representados pequenos círculos que apresenta melhor visualização do arranjos de átomos no interior dessa célula unitária. De acordo com a Fig. 2a é possível perceber que o número de coordenação é 8. “Uma vez que o número de coordenação é menor na CCC do que na CFC, o fator de empacotamento atômico na CCC também é menor do que na CFC, sendo de 0,68, contra 0,74 na CFC”. (CALLISTER, 2002, p. 23).

1.1.3 Estrutura cristalina hexagonal compacta

A estrutura cristalina de alguns metais se perde da comum simétrica forma geométrica cúbica e se forma em uma estrutura hexagonal, chamada de estrutura cristalina hexagonal compacta (HC). Nas palavras de Callister:

As faces superior e inferior da célula unitária são compostas por seis átomos que formam hexágonos regulares e que se encontram em torno de um único átomo no centro. Um outro plano que fornece três átomos adicionais para a célula unitária está localizado entre os planos superior e inferior. Os átomos nesse plano intermediário possuem como vizinhos mais próximos os átomos em ambos os planos adjacentes. (CALLISTER, 2002, p. 22)

Figura 3 - Estrutura cristalina hexagonal compacta



Fonte: CALLISTER (2002, p. 24).

Como representada na Fig. 3 a, se o comprimento da aresta na lateral é representado pela letra “c” demonstrando ser maior a dimensão, “a” representa a dimensão da base de menor comprimento e dada essa razão o valor final seria 1,633 para estruturas cristalinas hexagonais, embora em algumas estruturas esse valor varie. A característica dessa estrutura hexagonal é dada pelo número de coordenação e o fator de empacotamento atômico é o mesmo valor dado à estrutura cristalina cúbica de face centrada, com os valores; 12 e 0,74.

1.2 Densidade da estrutura do sólido cristalina

Através do conhecimento da estrutura cristalina de um metal sólido é possível calcular sua densidade, representada pela letra ρ . Na Eq. 4 demonstra a fórmula para chegar ao valor da ρ :

$$\rho = \frac{nA}{VcNa} \quad (4)$$

Onde,

n = número de átomos associados a cada célula unitária

A = peso atômico

Vc = volume da célula unitária

Na = número de Advogadro

1.3 Polimorfismo e alotropia

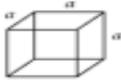
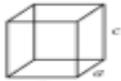
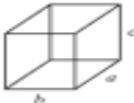
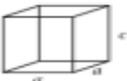
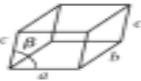
“Muitos metais são polimórficos, isto é, cristalizam-se em mais de uma estrutura.” (Reed-Hill, 1973, p. 18). Como visto, um material cristalino se estrutura através de perfeitos arranjos de átomos, porém há alguns metais que podem ter mais de uma estrutura quando submetido a diferentes temperaturas e a uma pressão externa, esse fenômeno é chamado de

polimorfismo. Porém quando se trata sobre sólidos elementares é chamado de alotropia. Um bom exemplo para descrever sobre o polimorfismo é encontrado nas palavras de Callister (2002, p. 25) “[...] o ferro puro possui uma estrutura cristalina CCC à temperatura ambiente, que se altera para uma estrutura CFC à temperatura de 912°C(1674°F)”. Dentro dessas transformações de estruturas, há também algumas que podem ocorrer variando sua densidade e outras propriedades físicas que antes acompanhavam as características desses metais.

1.4 Sistemas Cristalinos

Existem diversas estruturas cristalinas e para melhores considerações é preciso classificá-las de acordo com suas geometrias, prática conhecida como parâmetro de rede. De acordo com Callister (2002, p.26) “A geometria da célula unitária é completamente definida em termos de seis parâmetros: os comprimentos das três arestas, a , b e c , e os três ângulos entre os eixos, α , β e γ .” Os ângulos que classificam a estrutura cristalina de um material são obtidos através de um sistema de coordenadas com sua origem no vértice, porém existem sete combinações de tamanhos de arestas diferenciando os tamanhos dos ângulos, e os nomes dados aos sistemas são: cúbico, tetragonal, hexagonal, ortorrômbico, romboédrico, monoclinico e triclinico, representados pela Fig. 4.

Figura 4 - Classificação das estruturas cristalinas com parâmetro de rede

Cúbico	$a = b = c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
Tetragonal	$a = b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
Ortorrômbico	$a \neq b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
Romboédrico	$a = b = c, \alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	
Hexagonal	$a = b \neq c, \alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	
Monoclinico	$a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	
Triclinico	$a \neq b \neq c, \alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	

Fonte: CALLISTER (2002, p. 27).

Para o estudo mais detalhista das estruturas cristalinas de metais é necessário saber sobre as direções e planos cristalográficos identificados nas células unitárias.

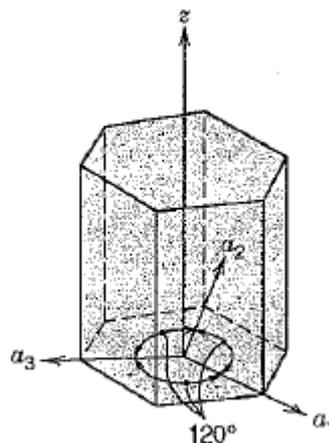
1.5 Direções e Planos cristalográficos

A direção e planos cristalográficos são dados pelo do índice de Miller. A direção cristalográfica é dada por um vetor que passa entre os pontos do sistema cartesiano, dado o primeiro ponto em sua origem e subtraído pelo seu último ponto no final da trajetória do vetor. Nos índices de Miller podem existir coordenadas positiva e negativa; caso negativo, serão representadas por uma barra em cima do valor de referência da sua coordenada, x, y e z, os valores são colocados em colchetes, como [u,v,t].

Estruturas cristalinas de metais com geometria cúbica possuem espaçamentos iguais entre seus átomos ao longo de cada direção, ou seja, possuem direções não paralelas com índices diferentes, mas serão equivalentes, e conhecidas por estarem em índices com colchetes angulares, como $\langle 100 \rangle$.

Os cristais hexagonais não são classificados nos índices de Miller da forma que os cúbicos, é preciso optar por quatro eixos [u,v,t,w], chamado Miller-Bravais, como representado na Fig. 5.

Figura 5 - Esquema Miller-Bravais



Fonte: CALLISTER (2002, p. 29).

Os eixos a_1 , a_2 e a_3 são perpendiculares ao eixo z da coordenada cartesiana e são chamados de plano da base, representados pela letra w entre os colchetes. A conversão desses dos eixos “a” é feito pelas seguintes fórmulas:

$$u = \frac{2}{3}u' - v' \quad (5)$$

$$v = \frac{2}{3}v' - u' \quad (6)$$

$$t = -(u+v) \quad (7)$$

$$w = w' \quad (8)$$

Segundo Callister (2002) os índices com linha ao lado da letra representam o plano cartesiano de três índices, e n é um fator necessário para reduzir u , v , t e w aos menores números inteiros.

Os planos cristalográficos são representados por três índices de Miller (hkl) quando não hexagonais. As células unitárias com geometria cúbica possuem planos perpendiculares entre si que causam índices idênticos, fato não agradável para o cálculo de outras geometrias que não se obtém os mesmos índices.

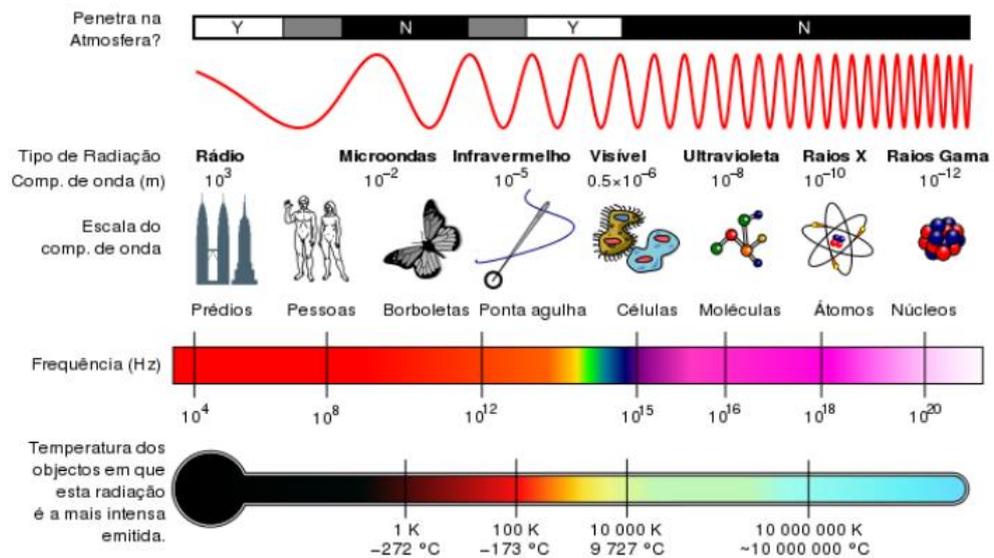
1.6 Raios X

Nos anos de 1880 muitos cientistas estavam estudando sobre raios catódicos no Tubo de Crookes, porém no dia 8 de novembro de 1895 na mesma intenção Wilhem Conrad Röntgen descobriu novos tipos de raios, nomeado por ele como raios X por não saber a sua natureza. Assim como diversos cientistas, Röntgen também estava estudando sobre raios catódicos e repetia os mesmos passos que o físico Philipp Lenard, de acordo com Okuna e Yoshimura (2010, p. 33) “embrulhou o tubo com papel preto, para que a luminescência muito forte no vidro não atrapalhasse a visão de uma tela pintada com platino cianeto de bário, que fluorescia fracamente quando colocada a cerca de oito cm do tubo.” Quando Röntgen percebeu que mesmo a 2m do tubo o papel continuava a receber a luminescência, ele ficou tão perplexo que estudou durante semanas esse fenômeno que não se parecia com os efeitos dos raios catódicos.

Röntgen observou que aqueles raios tinham facilidade em atravessar alguns materiais denso e até pelo corpo humano, porém eram parados pelos ossos. Com esse propósito logo foram feitas as radiografias, segundo Cullity e Stock (2001, p. 01, tradução nossa) “[...] as radiografias eram quase imediatamente colocadas em uso por médicos e, mais tarde, por engenheiros, que desejam estudar a estrutura interna de objetos opacos” Com a precisa demanda de usar esses raios para uso médicos e estudos sobre materiais opacos, não foi compreendida sua radiação ou natureza. Anos mais tarde, em 1912 foi observado que poderia usar um cristal como rede de difração de raios X e a natureza dessa radiação foi provada como ondulatória. Hoje essa descoberta favorece um método para se aprofundar nos estudos de pequenas estruturas dos materiais cristalinos.

1.6.1 Radiações Eletromagnéticas

Figura 6 – Espectro Eletromagnético



Fonte: Wikipedia Licenças Criative Commons¹

Como visto na Fig. 6 os Raios X estão localizados entre a região da luz ultravioleta e dos raios gama, com o comprimento de onda sendo equivalente a 10^{-10} m igual a 1 \AA , a unidade de comprimento Ångstrom (\AA) é usada nas regiões das radiações, porém a unidade SI aprovada para o comprimento dos raios X é o nanômetro:

$$1 \text{ nanômetro} = 10^{-10} \text{ m} = 10 \text{ \AA}$$

As ondas eletromagnéticas, como já se sabe, são ondas que viajam sem carregar matéria e que combinam energia e campos magnéticos. A radiação é uma dupla onda, às vezes aplicada a teoria clássica da luz, ora a teoria moderna no estudo da quântica para explicar o fenômeno. Quando aplicada a teoria clássica, utiliza-se para saber sobre a frequência de radiação, transporte de energia, taxa de fluxos sobre essa energia, intensidade e entre outros; e quando utilizada no estudo da teoria quântica, essa radiação pode ser descrita como um fóton ou quanta; a energia também pode ser fornecida através do estudo dos raios X como uma partícula.

1.6.2. Produção contínua de raios X

Os raios X são produzidos quando elétrons suficientemente carregados de energia se chocam com um alvo fazendo que desacelerem bruscamente. Através do tubo de raios X é

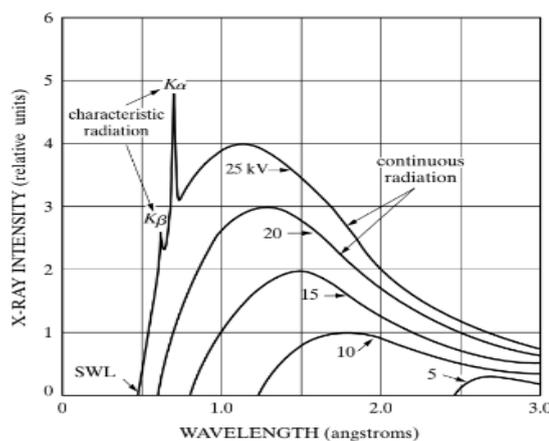
¹Disponível em < https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Espectro_Eletromagn%C3%A9tico.png > Acesso em set. 2021

possível reproduzir esse feito. No experimento há um filamento que quando aquecido produz elétrons, há também dois eletrodos de metal, quando o filamento produz elétrons, os eletrodos com uma alta tensão os atraem para o polo negativo do eletrodo (ânodo) ou para o alvo com uma alta velocidade que quando o atinge produz os raios X que se irradiam em todas as direções, porém nem todos os elétrons que incidiram no alvo produzem os raios x, uma grande parte perde a energia cinética se convertendo em calor. De acordo com Cullity e Stock (2001, p. 05, tradução nossa) “Se e é a carga do elétron ($1,6 \times 10^{-19}$ Coulomb) e V a tensão elétrica (diferença de potencial) entre os eletrodos, então a energia cinética (em joules) dos elétrons no impacto é dada pela Eq. 9”:

$$KE=eV= 12 m\upsilon^2 \quad (9)$$

Através da Fig. 7 de acordo com Cullity e Stock (2001) observam-se as curvas de intensidade obtidas quando os elétrons se irradiam depois de terem atingido o alvo e seu comprimento de onda, nessa junção foi descoberto que se dependiam da tensão do tubo. Percebe-se que a curva sobe rapidamente até certo limite da intensidade e depois desce característico de uma frenagem brusca de sua carga emitindo energia, chamada de bremsstrahlung, traduzida por frenagem de radiação, causando suaves curvas ao longo do espectro dependendo-se da tensão aplicada. Segundo Okuno (1986) quando há vários comprimentos de ondas, esse espectro de raios X é chamado de contínuo.

Figura 7 - Espectro de Raios X do molibdênio



Fonte: Cullity e Stock (2001, p. 05)

1.6.3 Característica do espectro

Quando o alvo é um metal com suas próprias características dentro do tubo de raios x, o gráfico intensidade *versus* comprimento de onda leva a sua individualidade no espectro contínuo. A particularidade levada por esse metal refere-se a linhas no seu comprimento de

onda sendo nomeadas como K,L,M, etc. Nas palavras de Cullity e Stock (2001, p. 05, tradução nossa) “Para um alvo de molibdênio, as linhas K têm comprimento de onda de cerca de 0,7Å, as linhas L cerca de 5Å, e as linhas M comprimentos de onda ainda mais longos”. No caso da difração de raios x a linha K é mais usada pelo seu grande comprimento de onda que a faz ser mais bem absorvida, nessa linha há várias outras linhas, chamadas de conjuntos. Para o estudo de difrações as mais usadas são K1,K2 e K2, com os valores:

$$K1 = 0,709$$

$$K2 = 0,71$$

$$K2 = 0,632$$

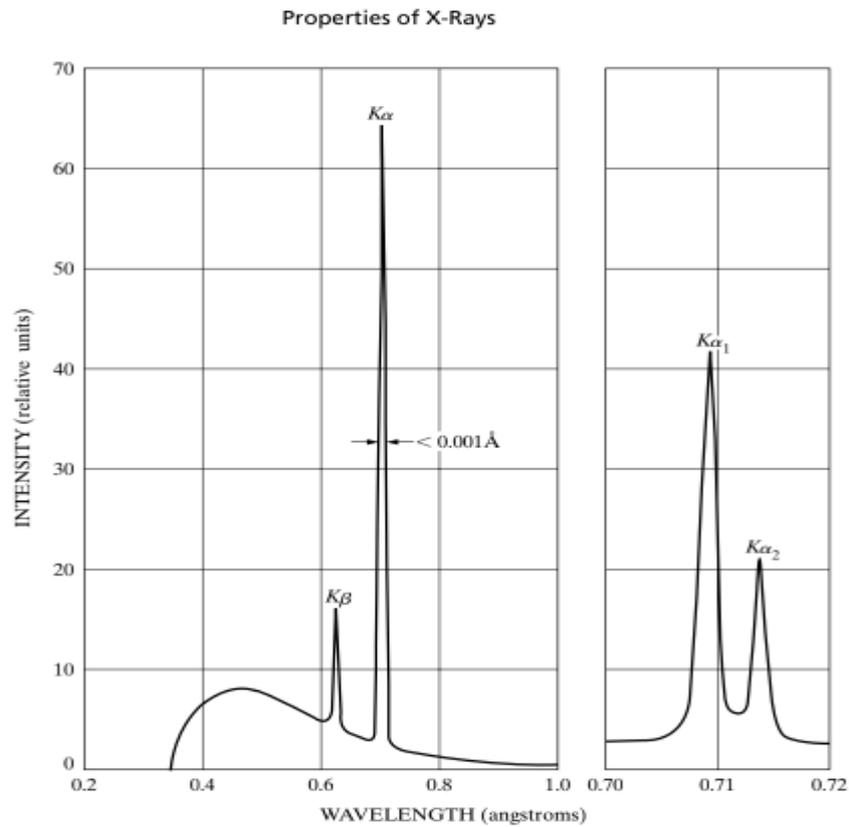
No espectro de raios X do molibdênio representado na Fig. 7 observam-se as linhas K, como se percebe as linhas K1 e K2 apenas foi chamado de $K\alpha$ pelos seus comprimentos de onda serem tão próximos, porém K1 é muito mais forte que K2, enquanto que K2 para a intensidade de K1 depende do número atômico. Na Fig. 8 a visualização do dualito de K é melhor observado, o gráfico ampliado mostra que os comprimentos de onda de K1 e K2 são comprimentos de ondas distintos, onde possivelmente é visto que a intensidade da linha K1 é mais forte e K2 fica abaixo das linhas $K\alpha$. Também fica observado que as linhas K para o molibdênio nas Fig. 7 e 8 aumentam sua intensidade de acordo com a tensão aplicada acima de sua tensão crítica, porém os valores de seus comprimentos de ondas não mudam. De acordo com Cullity e Stock:

“A intensidade de qualquer linha característica, medida acima do espectro contínuo, depende tanto da corrente do tubo i e da quantidade pela qual a tensão aplicada V excede a tensão de excitação crítica para aquela linha”. Cullity e Stock (2001, p. 05, **tradução nossa**)

Através da expressão (10) o valor da intensidade da linha K é dada. Um exemplo dado é sobre a radiação em um alvo de cobre trabalhando com 30Kv, a linha $K\alpha$ tem uma intensidade muito maior que o comprimento de onda adjacente, cerca de 90 vezes mais.

$$I_{linha K} = B_i (V - V_K)^n \quad (10)$$

Figura 8 - Propriedade do raio X



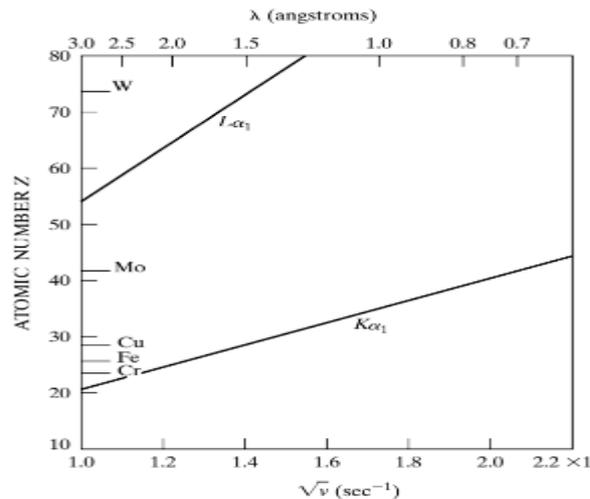
Fonte: Cullity e Stock (2001, p. 08)

Conforme a Fig. 8 é possível visualizar o quão estreitas são essas linhas, valores menores que $0,001 \text{ \AA}$, por conta disso são o que torna possível a difração de raios X, suas linhas $K\alpha$ são fortes e nítidas enquanto seus comprimentos só tendem a diminuir, caso curioso foi estudado por H.C Moseley (lei de Moseley), ele observou que quaisquer linhas do comprimento de ondas diminuiram conforme o número atômico (Z) do emissor aumenta (CULLITY; STOCK, 2001). Transcrito pela expressão (11):

$$\sqrt{n} = C (Z - \sigma) \quad (11)$$

Moseley encontrou uma relação entre a raiz quadrada da frequência de linha e o número atômico. Na expressão (11) C e σ são constantes, essas relações estão na Fig. 9 mostrando a linha L, chamada L_1 , seu comprimento de onda não é tão longo quanto da linha K_1 , como descrito sobre as características do espectro, cada linha tem sua característica de raios X.

Figura 9 - Relação das constantes



Fonte: Cullity e Stock (2001, p. 09)

A origem do espectro está na organização dos átomos envolta do seu núcleo determinado pelo material alvo. Nas palavras de Cullity e Stock:

“Se um dos elétrons bombardeando o alvo tem suficiente energia cinética, pode tirar um elétron da camada K, deixando o átomo em um estado de alta energia. Um dos elétrons externos imediatamente cai na valência na camada K, emitindo energia no processo, e o átomo está mais uma vez em seu estado normal de energia. A energia emitida está na forma de radiação de um determinado comprimento de onda e é, de fato, a radiação K característica”. (Cullity e Stock (2001, p. 10, **tradução nossa**)

Quando a camada K perde energia ela pode ser preenchida por qualquer outro elétron de outra camada externa, como as camadas L e M, porém, é mais fácil sendo por um elétron da camada L, assim se desdobram as linhas Kα e K, sendo as mais intensas das linhas. Mas todas as camadas são excitadas juntas, todas as linhas características têm suas origens dessa maneira, como por exemplo, a camada L recebe um elétron através de outra camada externa. Quando há energia extra o elétron passa adiante emitindo um fóton. A energia necessária para tirar um elétron é dada pela igualdade da equação de trabalho responsável por remover o elétron de uma das camadas:

$$\frac{1}{2}mv^2 = W_k \quad (12)$$

1.6.4 Filtros

Para se obter uma radiação com vibrações de mesma frequência, ou seja, monocromáticas utilizadas para difrações de raios x, é preciso que no experimento do tubo de raios X seja posto um filtro, cujo material é feito por folhas finas, se forem grosseiras a intensidade de absorção não será perfeita, geralmente o filtro é feito do material alvo usado com Z menor que 30. O filtro faz com que a intensidades das linhas Kα e K sejam absorvidas.

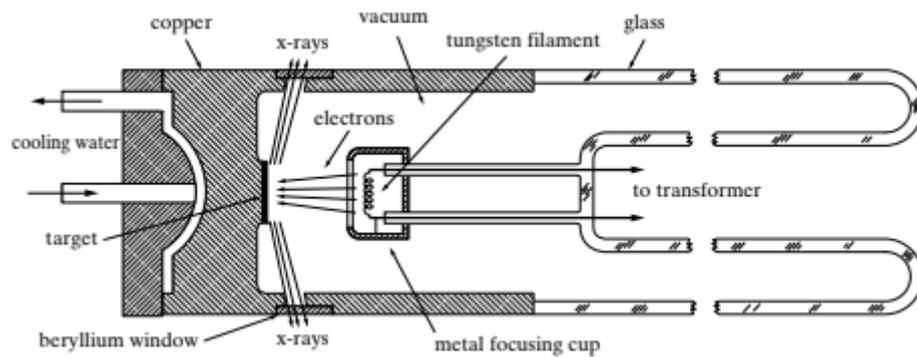
A linha K é absorvida com mais facilidade que seu componente $K\alpha$ devido às diferenças em seus comprimentos de ondas.

1.6.5 Produção de raios x

Quando Willhen Conrad Röntgen produziu os raios X pela primeira vez foi usando um experimento chamado de tubo de Crookes, era um tubo de gás onde os elétrons eram produzidos pela ionização de uma pequena quantidade de gás, mas hoje é considerado antiquado. Com o passar dos anos foi desenvolvido o tubo de raios X feito de filamento, com uma fonte de elétrons, um metal alvo e o próprio filamento para altas tensões.

O que produz os raios X são elétrons com alta velocidade que subitamente desaceleram quando colidem no alvo de metal convertendo sua energia cinética em calor.

Figura 10 - Tubo de Raios X interno



Fonte: Cullity e Stock (2001, p. 20)

A Fig. 10 mostra internamente um tubo de filamento de produção de raios X. O catodo e anodo são postos extremos um ao outro. O catodo sendo um filamento de tungstênio se aquece à alta temperatura da corrente do transformador para que se produzam os elétrons que serão atraídos para o anodo contendo um alvo de metal, geralmente o cobre. A atração ocorre devido ao copo de metal em volta do filamento ter a mesma temperatura do catodo (negativa), ou seja, os elétrons se repelem como esse elétron está eletricamente carregado produzindo energia cinética quando se colide com o anodo se transforma em calor e para que não derreta o alvo, chamado de ponto focal, ele é aterrado em um cooler de água para resfriamento. Quando atingido esses raios X irradia para todas as partes, uma dessas são as janelas de berílio transparentes aos raios X, sem dizer que essas janelas são herméticas, não deixando a passagem de ar ocorrer.

1.6.6 Precauções

Para o manuseio de um aparelho de raios X o profissional é exposto a dois perigos, o choque elétrico e a radiação. Ele deve saber que há esses riscos e se precaver para reduzir a chances desses riscos.

1.6.6.1 Choque elétrico

O tubo de raios X usa alta tensão em seu catodo para produzir os elétrons, o que causaria um grande risco à vida caso as peças fossem expostas, portanto, para não causar danos, medidas de precauções devem ser tomadas. A instalação deve ser muito bem feita, toda a parte de alta tensão deve ser mantida distante e inacessível ao profissional que a manuseia. Os tubos são selados a prova de choques, o catodo é aterrado e selado com uma cobertura de metal promovendo bloqueios.

1.6.6.2 Perigo da radiação

No início do uso dos raios X aparelhos foram testados e usados em aplicações da medicina, muitos profissionais que manuseavam os aparelhos faleceram ou tiveram fraturas expostas por causa da radiação. Como naquela época não se sabia os danos causados pela radiação, sem a devida proteção, aconteciam muitos acidentes. O objetivo do uso da radiação na medicina é acabar com as células cancerosas, mas se não houver precauções pode haver os efeitos biológicos em partes saudáveis do tecido humano.

Segundo Cullity e Stock (2002, p.) "Os raios-x usados na difração são particularmente prejudiciais porque eles têm comprimentos de onda relativamente longos e, portanto, são facilmente absorvidos por órgãos expostos, como a pele e os olhos". Porém, atualmente há muitas regulamentações severas relacionadas à segurança pessoal contra a radiação. Até mesmo em aparelhos de difrações estão sendo projetados para dar mais segurança, como não ter feixes abertos para abrir caminho para vazar a radiação. O profissional que geralmente trabalha no cotidiano com aparelhos de radiação é protegido por telas de chumbo e já o paciente que recebe a dosagem, não excede o valor de risco a sua saúde. O uso da radiação seguindo todas as precauções leva a segurança da vida dos profissionais que são expostos constantemente à radiação.

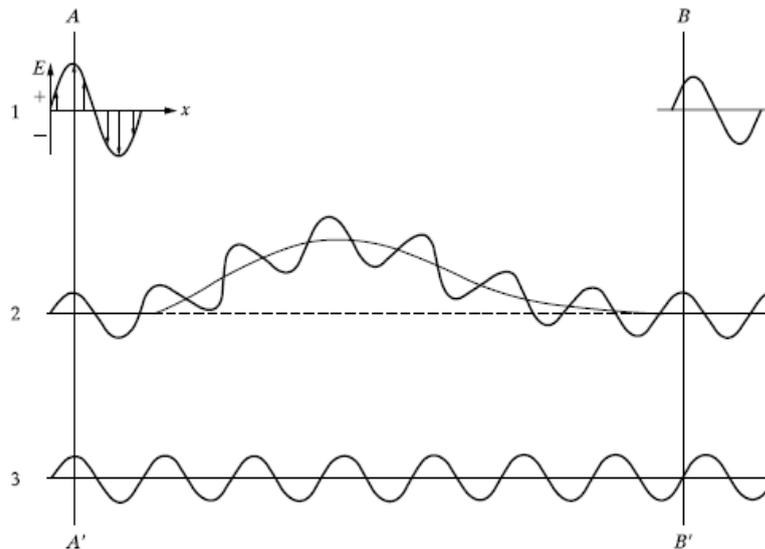
1.7 Difração de raios X

Através da técnica de difração de raios X é possível determinar a estrutura cristalina de alguns materiais. A difração é quando um obstáculo causa o espalhamento das ondas

eletromagnéticas após o feixe de raios X se colidirem com um arranjo de átomos em um cristal. Quando as ondas se encontram em fase após a dispersão possui a característica do fenômeno da difração de raios X.

Na Fig. 11 as ondas 2 e 3 saem na frente AA' em fase possuindo a mesma amplitude, comprimento de onda e direção, durante o caminho de propagação houve a dispersão que causou um caminho curvo na onda 2, quando as ondas passam na frente BB' elas não se encontram mas em fase, pois a onda dispersa 2 tem sua amplitude máxima e a onda dispersa 3 tem sua amplitude igual a 0, ou seja não levaram a um esforço mútuo, para uma interferência construtiva entre ambas. Segundo Cullity (2002), as ondas 2 e 3 na frente BB' produzem depois de dispersadas a forma da onda 1 no canto superior direito na Fig. 11.

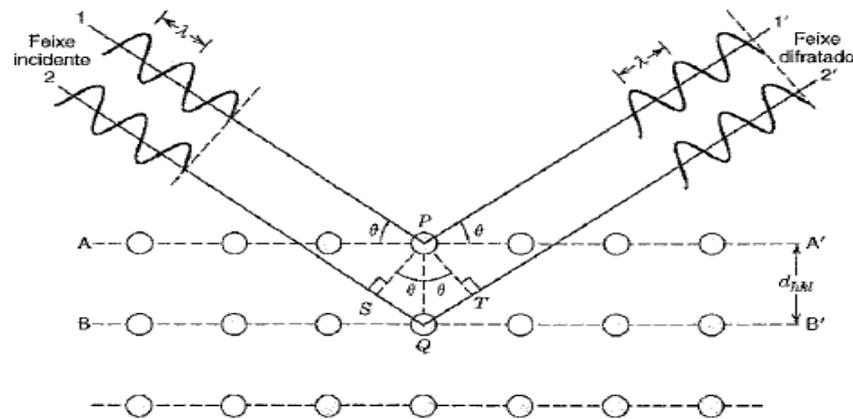
Figura 11 - Difração de raios X com efeito de dispersão



Fonte: Cullity e Stock (2001, p. 92)

Para ocorrer uma interferência construtiva entre as ondas dispersas a relação de caminhos percorridos pelo comprimento de onda é importante, de acordo Callister (2002) para garantir que cheguem à mesma fase causando o fenômeno da difração a diferença no comprimento do caminho deve ser um número inteiro de comprimento de onda, isto é descrito pela lei de Bragg.

Figura 12 - Lei de Bragg



Fonte: CALLISTER (2002, p. 37).

Na Fig.12 A e B são planos paralelos de átomos de metais com espaçamento d_{hkl} dado pela função dos índices de Miller que recebem a incidência do feixe de raios X 1 e 2 perfeitamente paralelos e monocromáticos e após colidirem com os átomos nomeados P e Q geram um ângulo θ após sua dispersão. Se a somatória da trajetória das ondas 1P1' e 2Q2' for um número inteiro do comprimento de onda, irá gerar uma interferência construtiva chegando à mesma fase, para satisfazer a esse fenômeno é dado à lei de Bragg pela equação (13):

$$n\lambda = d_{hkl} \sin \theta + d_{hkl} \sin \theta = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (13)$$

Para estruturas cristalinas cúbicas de metal é dada a fórmula (14) para encontrar-se a magnitude da distância do espaçamento interplanar dos átomos.

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (14)$$

A Eq. 14 somente é necessária para estruturas cristalinas que contenham átomos em seus vértices, como não é caso das estruturas CFC e CCC fato confirmado por Callister (2002,p. 37):

Entretanto, átomos situados em outros locais (por exemplo, posições nas faces e no interior das células unitárias, como ocorre com a CFC e CCC) atuam como centros de dispersão adicionais, que podem produzir uma dispersão fora de fase em certos ângulos de Bragg.

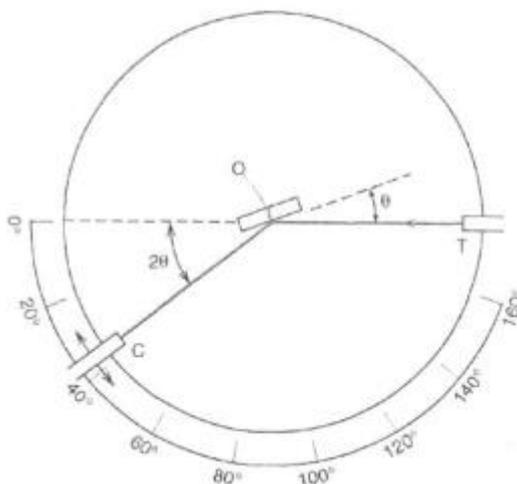
Ainda de acordo com Callister (2002) para que ocorra a interferência satisfatória para chegar a difração de raios X em estruturas CFC e CCC, é preciso que a somatórias dos índices

de Miller (h,k,l) em estruturas cristalinas de corpo de face centrada seja números pares e nas estruturas cristalinas de cúbicas de faces centradas sejam todos números pares ou ímpares.

1.7.1 Técnicas de difração

Para a coleta do espectro da difração além de conter o tubo de raios X um importante aparelho usado é o difratômetro, muito usado para determinar as estruturas cristalinas. Na Fig. 13 onde se encontra a letra O indicada é posto uma amostra pulverizada ou policristalina para ocorrer à difração do mesmo. Os feixes de raios X saem de T já com colimadores e colidem com os átomos do cristal caminhando em direção do detector (letra C). Os ângulo θ do feixe T equivalente ao ângulo 2θ de detector C assegurando que a incidência e a reflexão sejam iguais por conta de sua posição angular. Para a plotagem desses dados, à medida que o difratômetro se move em uma velocidade angular constante, o difratograma descreve esse espectro. Quando há elevados picos de intensidade no espectro sugere que a lei de Bragg foi satisfeita. A caracterização das propriedades das estruturas dos sólidos cristalinos é descrita por Callister (2002, p. 38) “O tamanho e geometria da célula unitária podem ser resolvidos a partir das posições angulares dos picos de difração, enquanto o arranjo de átomos dentro da célula unitária está associado com as intensidades relativas dos picos”.

Figura 13- Diagrama esquemático de um difratômetro de raios X



Fonte: CALLISTER (2002, p. 38).

2. Objetivos

Esse trabalho tem como objetivo geral apresentar releituras de referências bibliográficas para explorar a área de conhecimento de difrações de raios X e suas aplicações à liga de titânio para compreender o formato geométrico de sua célula unitária de acordo com sua estrutura cristalina. Para ser alcançado esse objetivo geral, este texto inclui objetivos específicos, que são:

2.1 Objetivos específicos

- Analisar artigos, teses e livros especializados na área, para inteirar os conhecimentos sobre radiação na área de difrações de raios X.
- Apresentar a história dos raios X e sua integração à técnica de difração fazendo a descrição do mesmo.
- Compreender sobre o estudo da difração de raios X.
- Destiguir as fases α e β em cada etapa de fusão nas ligas de titânio.

3. Metodologia

O método do trabalho se concentrou na investigação bibliográfica de artigos e literatura científica especializada em discorrer sobre a técnica de difrações de raios X em ligas de titânio determinando sua estrutura cristalina. O levantamento do conhecimento para a organização e estrutura do trabalho foi feita, precisamente sobre os livros *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução*, do autor William D. Callister Jr (2002), *Princípios da Metalurgia Física*, do autor Robert E. Reed-Hill (1982), *Elements of X-Ray Diffraction*, dos autores B.D Cullity e S.R. Stock (2001), *X-Ray Diffraction by Polycrystalline Material*, do autor René Guinebretière (2007), *Biomaterial An Introduction*, dos autores Joon Park e R.S. Lakes.

O estudo de discussões sobre as estruturas cristalinas de ligas de titânio se concentrou em artigos especializados na área que continham a parte experimental obtendo dados e resultados satisfatórios. Podem ser citados: Determinação da densidade experimental de uma liga de titânio para aplicações biomédica, *Structural analysis of a Nb-based alloy biomedical application*, *Preparation and Characterization of Ti-15Mo Alloy used as biomaterial*, *Structural characterization of Ti-15Mo alloy used as biomaterial by Rietveld method*, e *The influence of heat treatment on the structure and microstructure of Ti-15Mo-xNb system alloys for biomedical applications*. Entre os reviews *A Review on Biomedical Titanium alloys: Recent progress and prospect* e *Properties and Applications of titanium alloys a brief review*.

As estruturas cristalinas de metais foram muito bem fundamentadas durante a introdução desse trabalho através de diversas fontes de estudo cooperando para a formação do conhecimento, o que apresenta as bases para o entendimento desse estudo, sendo o suporte para a identificação das fases das ligas de titânio. De acordo com Salvador (1980, apud LAKATOS, 2003, p. 239) “A dissertação pode ser; expositiva. Quando reúne e relaciona material obtido de diferentes fontes, expondo o assunto com fidedignidade e demonstrando habilidade não só de levantamento, mas também de organização”. A análise considerada em todo o trabalho foi completamente fiel à revisão bibliográfica obtida sobre as estruturas cristalinas de metais, sobretudo as ligas de titânios e sua compatibilidade com elementos puros.

Embora haja carência no estudo sobre as estruturas cristalinas obtidas pela difração de raios X, a área da técnica de difração de raios X foi escolhida para a investigação desse trabalho por se tratar de um fenômeno muito importante na física e ter diversas aplicações, mas será dada a importância na área de ciência dos materiais trazendo conexões ao identificar estruturas, sistemas cristalinos, difratograma, equipamento de raios X e tipos de radiação.

4. Resultados e discussões

Para resultados satisfatórios sobre o tema da pesquisa, o uso de literatura especializada na área científica de biomateriais que se estruturam através da técnica de raios X como descritos na metodologia da pesquisa torna-se relevante para o mesmo. Como já dito, as propriedades estruturais das ligas de titânio são pouco estudadas, trazendo carências sobre a forma de suas estruturas, porém com a técnica de difração de raios x é possível trazer importantes considerações.

A liga de titânio mais usada para uso biomédico, a fim de melhorar a qualidade de vida das pessoas que não possuem partes do corpo ou que perderam suas funções é a Ti-6Al-4V, contendo alumínio e vanádio. Porém, algumas pesquisas mostram que o alumínio está relacionado a algumas desordens neurológicas e o vanádio contém substâncias citotóxicas e divergências com alguns tecidos humanos. Ratner (2015, apud MARTINS JR et al, 2021, p. 03).

Os artigos revisados para estudo sobre a técnica de difrações de raios X e o biometarial titânio e suas ligas, especialmente a liga Ti-Mo, escolhido o molibdênio por conta da sua alta biocompatibilidade com o titânio. O resultado obtido através da difração de raios X mostra que após a fusão de 15% de peso do molibdênio ao titânio sua estrutura cristalina hexagonal compacta sofre uma mudança para a estrutura cristalina cúbica de corpo centrada, característico da fase β . A fase α é predominantemente encontrada em estruturas cristalina hexagonal compacta, de acordo com a Fig. 13 comentam os autores Martins Jr e Grandini (2012, p. 04, **tradução nossa**):

[...] Pode ser observado que os difratogramas da liga Ti-15Mo mostraram picos característicos de uma estrutura cúbica centrada no corpo, que é típica dessas ligas de fase β e fase α que tem estrutura cristalina compacta hexagonal, mas esta última fase é uma fase do tipo martensítica, ou seja, é uma fase metaestável que é formada por resfriamento rápido, não deixando tempo para acomodar data uma estrutura mais estável.

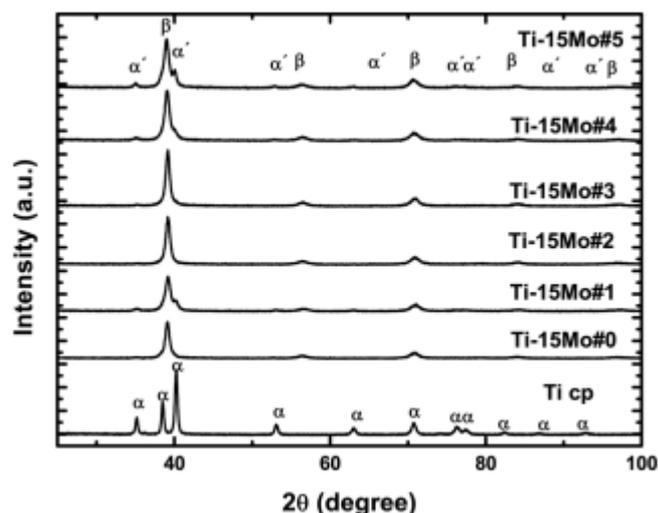
A fase β estabelece uma propriedade da estrutura cristalina do metal, afirmada pelo aparelho de difratograma, cuja estrutura é cúbica de corpo centrado, essa propriedade da fase β é mais versátil que a fase α quando se diz sobre microestruturas e propriedades mecânicas. Para se obter-se essa fase é preciso ter mais elementos puros para ocorrer à estabilização em temperaturas ambientes e/ou temperaturas menores do mesmo. (Martins Jr, 2021, p. 04).

A fase α considerada como a estrutura cristalina do metal como hexagonal compacta, possui ainda pequena porcentagem da fase β , como visto na Fig. 13. Essa fase α possui maior resistência à corrosão, importante destaque para uso biomédico, já que a fase β não possui essa característica mesmo contendo também outras vantagens, como menor resistência mecânica e maior modo de elasticidade.

O estudo da estrutura cristalina e propriedades mecânicas das ligas de titânio por difrações de raios x contendo 5%, 10%, 15%, e 20% em peso de molibdênio mostra que a estrutura cristalina do material de titânio depende da quantidade em peso de molibdênio, porém as propriedades mecânicas com o aumento do molibdênio a força e a dureza diminuem para o modulo de elasticidade, porém com 20% de molibdênio na liga Ti o modulo aumenta de acordo com Chen (2006, apud MARTINS JR, 2011, p. 01).

O difratograma traz os dados realizados pela técnica de difração de raios X. Pode-se notar pela Fig. 13, que a amplitude da onda no biomaterial de titânio puro se encontra na fase α , após a passagem de procedimentos com a concentração da liga de titânio com o molibdênio descrito como etapas Ti-15Mo#0, Ti-15Mo#1, Ti-15Mo#2, Ti-15Mo#3, Ti-15Mo#4, Ti-15Mo#5, é visto que em sua última etapa, o pico da amplitude da onda muda sua fase para β , caracterizando assim sua estrutura cristalina do material, trazendo propriedades importantes como suas dimensões em células unitárias, organização de átomos ao longo da estrutura, parâmetros de rede e planos cristalinos visto no comprimento da onda.

Figura 14 - Difratograma das ligas de titânio



Fonte: Martins Jr e Grandini (2012, p. 04)

Uma análise minuciosa precisa ser feita referente a cada etapa descrita para obter um lingote da liga Ti-15Mo para entender o processo da transição da fase α para fase β , pois a liga possui estruturas cristalinas distintas entres si. A amostra Ti-15Mo foi feita após a

homogeneização e fusão de elementos puros em um forno durante cinco vezes até contém uma homogeneização mais perfeita possível, após a fusão é encontrado os gases nitrogênio e oxigênio, a partir da Fig. 14 é possível observar que a liga era adequada para seu estudo contendo esses valores de gases.

Figura 15 - Gás contido na liga Ti-Mo

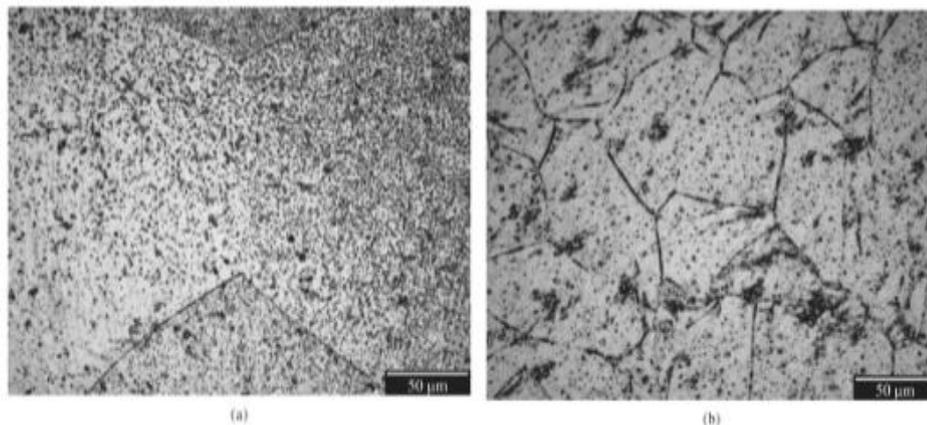
Table 2. Gas analysis for the Ti-15Mo samples in all studied conditions.

Sample	Oxygen (wt. (%))	Nitrogen (wt. (%))
Ti-15Mo#0	0.137 ± 0.005	0.006 ± 0.002
Ti-15Mo#1	0.177 ± 0.004	0.007 ± 0.002

Fonte: Martins Jr et al (2011, p.108)

A amostra Ti-15Mo#1 é obtida após a laminação a quente onde a fase α é aparente no espectro, Ti-15Mo#2 há o tratamento térmico diminuindo as tensões internas dentro do material. O processo de derretimentos dos elementos para a fusão forma grãos bem definidos como visto na Fig. 16 a., e após o alto grau de temperatura e o choque térmico sentido quando esfria rapidamente, causando nos grãos em formas irregulares e distintas.

Figura 16 - Liga de Ti-15Mo após fusão e após choque térmico



Fonte: Martins Jr et al (2011, p.109)

O valor do empacotamento das estruturas cristalinas dessa liga é diferente ao longo da mudança de suas fases, e a densidade também varia conforme o valor de empacotamento, a estrutura cristalina HC possui um valor de empacotamento 0,74 bem maior que o valor da estrutura cristalina CCC, que é 0,68, conforme 9% maior menor que a HC.

Entretanto para dar continuidade ao processo da amostra Ti-15Mo#3 com o aumento de intersticiais por conta do derretimento, tem mais gases como, oxigênio e nitrogênio e a Ti-15Mo#4 e Ti-15Mo#5 houve a diminuição no índice dos gases ocasionando menores elementos intersticiais.

De acordo com os passos descritos é possível afirmar que o uso da técnica de difração de raios x descreve propriedades das estruturas cristalinas do biomaterial de ligas de titânio com peso de molibdênio de 15%. Indicando que a fase β caracteriza a estrutura cristalina CCC da liga Ti-15Mo depois de cinco etapas de homogeneização dos materiais, pois antes a estrutura cristalina do metal titânio era descrito como HC possuindo sua fase em α . A predominância da fase β é mais bem adaptada ao modelo ósseo humano, pois se consegue usar esse tipo de material em produtos ortopédicos e implantes odontológicos substituindo funções e partes do corpo humano. A fase α não possui tantas propriedades de flexibilização e adaptação ao corpo humano.

Conclusão

Partindo dos objetivos a serem alcançados, o estudo estabelecido dessa revisão bibliográfica foi concluído com êxito. De acordo com os conhecimentos adquiridos sobre a técnica de difração de raios X complementaram-se os conhecimentos aprendidos ao longo do curso.

Com as releituras de livros e artigos da área especializada e um estudo minucioso é possível discorrer que fundamentações teóricas da área de estruturas cristalinas de metais se complementam a dados experimentais, onde todos os resultados alcançados foram compreensíveis com valores teóricos e deixando satisfeitos e concordantes as discussões a cerca das ligas de titânio. Pois durante o estudo foi possível observar que a técnica de raios X usada para identificar as estruturas cristalinas de cada amostra da liga de titânio, obteve resultados satisfatórios de acordo com cada fase. A liga de titânio com peso 15% de molibdênio traz diversas vantagens para uso biomédico, com sua amostra final contendo predominância da fase β , manifesta os conhecimentos que essa fase é melhor em elasticidade e menor resistência e, porém, também há uma pequena portagem da fase α que tras outras importantes vantagens como descritos nas discussões, a maior resistência à corrosão, sugerindo maior durabilidade.

A compreensão sobre as técnicas de difração de raios X para complementar a teoria foi uma importante fundamentação. As medidas de difração de raios X ao longo das amostras da liga Ti-15Mo foi possível observar, após dados obtidos pela parte experimental de cada investigação bibliográfica, a mudança da estrutura cristalina hexagonal compacta para a estrutura cristalina cúbica de corpo centrado, observado até em imagens com uso de aparelhos complementares à técnica de difração.

REFERÊNCIAS

- JÚNIOR, Callister D. William; A estrutura dos solidos cristalinos. In: 3. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. 5ª Ed. LTC. Cap. 2, p. 21-29.
- JÚNIOR, Callister D. William; A estrutura dos solidos cristalinos. In: 2. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. 5ª Ed. LTC. Cap. 2, p. 36-38.
- REED-HILL, Robert e; A estrutura dos metais. In:1 . **Principios de Metalurgia Física**. 2ª Ed. GUANABARA DOIS S.A. Rio de Janeiro, 1982. Cap. 1, p. 01-28.
- REED-HILL, Robert e; Métodos de difração. In:2 . **Principios de Metalurgia Física**. 2ª Ed. GUANABARA DOIS S.A. Rio de Janeiro, 1982. Cap. 2, p. 31-43.
- MARCONI. Marina de Andrade;LAKATOS.Eva Maria. Pesquisas bibliográficas e resumos. In:9. **Fundamentos de metodologia científica**. 5ªEd.EDITORIA ATLAS S.A. São Paulo,2003. Cap 9, p. 183-186.
- CULLITY. B.D;STOCK. S.R. Properties of X-Rays. In:1. Elements of X-Rays Diffraction.3ª Ed. PEARSON EDUCATION LIMITED. U.S.A,2014. Cap.1, p. 1-30.
- CULLITY. B.D;STOCK. S.R. Properties of X-Rays. In:3. Elements of X-Rays Diffraction.3ª Ed. PEARSON EDUCATION LIMITED. U.S.A,2014. Cap.3, p. 91-124.
- MARTINS JÚNIOR. José Roberto Severino. **Efeitos de tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas, eletroquímicas e citotoxicidade de ligas do sistema Ti-15Mo-Xno**.2014. Tese (Doutorado em Ciências dos Materiais). Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Ciências, Bauru, 2014.
- MARTINS JUNIOR.JRS;GRANDINI.CR; **Structural analysis of a Nb-based alloy for biomedical application**. Internacional Journal of advences in medical biotechnology. UAMB, Vol. 4 N. 1,2021
- MARTINS JUNIOR.JRS;OIKAWA.LSC;BATISTA.CF; OLIVEIRA SANTOS;GH. **Determinación de la densidad experimental de una aleación de titanio para aplicaciones biomedicas**. Revista brasileira de iniciação científica. Itapetininca, v.8, e021007, p. 1-18. 2021.
- MARTINS, JR.; NOGUEIRA, R.; DE ARAUJO, R.; DONATO, T. et al. **Preparation and Characterization of Ti-15Mo Alloy used as Biomaterial**. Materials Research-Ibero-American Journal of Materials, 14, n. 1, p. 107-112, 2011.
- MARTINS JÚNIOR. JRS; GRANDINI,CR. **Structural characterization of Ti-15Mo alloy used as biomaterial by Rietveld method**. Journal of Applied Physics. American Institute of Physics. v. 111.2012.
- MARTINS JÚNIOR. JRS; GRANDINI,CR. **The influence of heat treatment on the structure and microstructure of Ti-15Mo-xNo system alloyx for biomedical applications**.Trans Tech Publications, Switzarland. V.793-786, p.1-6. 2014.
- PARK, J.B., LAKES, R.S. **Biomaterials. An Introduction**. 3 Ed., New York: Plenum Press, 2007.
- YOUNG, R. A. **The Rietveld Method**. Oxford University Inc. Press, New York,, U.S.A, 1999.