

ANÁLISE ESTRUTURAL POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X DE UMA LIGA TERNÁRIA DE TITÂNIO

YARA K. C. MELO¹, JOSÉ ROBERTO S. MARTINS JR.²

¹ Graduanda em Engenharia Civil, Bolsista PIBIFSP, IFSP, Câmpus Caraguatatuba, y.carneiro@aluno.ifsp.edu.br.

² Professor EBTT, IFSP, Câmpus Caraguatatuba, jose.martins@ifsp.edu.br

Área de conhecimento (Tabela CNPq): Engenharia Biomédica – 3.13.00.00-6

RESUMO: Este trabalho investiga a liga Ti-50Nb-12Mo com foco em aplicações biomédicas, especialmente no desenvolvimento de materiais com boa biocompatibilidade e propriedades mecânicas adequadas a implantes. A amostra foi analisada por meio da técnica de difração de raios X (DRX), empregada para a identificação de fases cristalinas e determinação de parâmetros estruturais, como o parâmetro de rede e o raio atômico médio. Os difratogramas foram tratados e interpretados com o auxílio de ferramentas de Inteligência Artificial, utilizando a linguagem Python para a automação da análise estatística, ajuste de picos e visualização dos resultados. Os parâmetros obtidos mostraram-se compatíveis com os valores esperados para ligas de titânio voltadas a aplicações biomédicas, indicando a eficácia do método adotado.

PALAVRAS-CHAVE: nióbio; biomaterial; difração de raios x; raio atômico; parâmetro de rede.

1 INTRODUÇÃO

Desde os primórdios da civilização, a evolução humana tem estado intrinsecamente ligada ao domínio dos materiais, aplicados em diversas áreas, incluindo a saúde, onde biomateriais são desenvolvidos para substituir funções do organismo de forma biocompatível. Os primeiros biomateriais metálicos, como o Aço Vanádio Sherman, apresentavam limitações devido à citotoxicidade, impulsionando a busca por alternativas mais seguras, como o titânio e suas ligas, amplamente utilizadas por apresentarem baixo módulo de elasticidade, alta resistência à corrosão e boa biocompatibilidade (Wilson, 2018).

No campo dos implantes ortopédicos, Park e Lakes (2007) destacam a importância da resistência mecânica e compatibilidade biomecânica para uma integração estável entre o tecido ósseo e o implante. Contudo, o titânio puro ainda apresenta limitações, justificando o uso de elementos de liga para aprimorar suas propriedades (Santos, 2021). Entre esses elementos, o nióbio se sobressai por sua abundância no Brasil — que detém cerca de 98% das reservas mundiais (Vasconcelos e Chaves, 2019) — e por melhorar a deformação plástica e a resistência ao desgaste (Park e Lakes, 2007). O molibdênio, por sua vez, contribui com estabilidade química e resistência mecânica (Lide, 2004), além de baixa citotoxicidade e ausência de bioacumulação (Toschka, 2022; Redlich, 2020; Jarabo, 2024).

Nos últimos anos, o desenvolvimento de ligas à base de titânio, como Ti-Nb-Mo e Ti-Nb-Zr, busca substituir a tradicional Ti-6Al-4V, que contém elementos potencialmente tóxicos e apresenta módulo elástico superior ao do osso humano (Santos, 2021). Nesse contexto, a liga Ti-50Nb-12Mo destaca-se como alternativa promissora, exigindo uma investigação detalhada de seus parâmetros estruturais por meio da difração de raios X (DRX), técnica que permite identificar fases cristalinas e determinar o parâmetro de rede e o raio atômico médio.

Assim, este estudo tem por objetivo verificar se a estrutura cristalina e os parâmetros obtidos para a liga Ti-50Nb-12Mo são compatíveis com aqueles esperados para materiais voltados a aplicações biomédicas.

3 MATERIAL E MÉTODOS

As amostras da liga Ti-50Nb-12Mo foram produzidas em 2015 e fornecidas pelo Laboratório de Anelasticidade e Biomateriais da Faculdade de Ciências da UNESP – Bauru, sob coordenação do Prof. Dr. Carlos Roberto Grandini.

A caracterização estrutural foi realizada por meio da técnica de difração de raios X (DRX), empregando um difratômetro Rigaku modelo D/Max 2100/PC, com radiação Cu-K α ($\lambda = 1,544 \text{ \AA}$). O equipamento, adquirido por meio do Programa Multiusuários da FAPESP, operou a 40 kV e 20 mA, em modo $\theta-2\theta$, com varredura contínua na faixa de 20° a 90° , passo de $0,02^\circ$, e tempo de contagem de 1 s por passo, à temperatura ambiente ($25 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$). A calibração foi realizada com padrão de silício (Si) de alta pureza, assegurando precisão no posicionamento angular e confiabilidade nos resultados obtidos.

Os dados experimentais consistiram em valores de ângulo 2θ e intensidade de difração, correspondentes aos planos cristalográficos da fase β da liga. Inicialmente, os parâmetros cristalográficos foram determinados manualmente, em planilhas eletrônicas, aplicando-se as equações fundamentais da difração de raios X:

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (1)$$

em que:

d_{hkl} - espaçamento interplanar;

λ - comprimento da onda;

2θ - ângulo de difração.

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

em que:

a - parâmetro de rede da amostra

d_{hkl} - espaçamento interplanar;

h, k e l - dimensões do plano cristalográficos (h, k e l).

$$R = \frac{a\sqrt{3}}{4} \quad (3)$$

em que:

R - raio atômico;

a - parâmetro de rede da amostra;

Em uma segunda etapa, com o objetivo de aprimorar a precisão, reprodutibilidade e eficiência do processamento, foi desenvolvido um algoritmo em linguagem Python (Python Software Foundation, 2025), incorporando técnicas de inteligência artificial para o tratamento automatizado dos dados experimentais. O código executou de forma integrada:

- detecção de picos de difração, com eliminação de duplicatas e filtragem de ruídos;
- associação automática entre picos experimentais e planos teóricos, considerando uma tolerância máxima de 3° no ângulo 2θ;
- cálculo dos parâmetros estruturais (d_{hkl} , R e a)
- análises estatísticas detalhadas, incluindo média, desvio padrão, erro padrão, intervalos de confiança e teste de normalidade (Shapiro-Wilk).

Além disso, o algoritmo gerou difratogramas e gráficos comparativos automatizados (boxplots e diagramas normalizados), possibilitando a visualização da variabilidade dos parâmetros de rede e do raio atômico, bem como a verificação da consistência entre valores teóricos e experimentais.

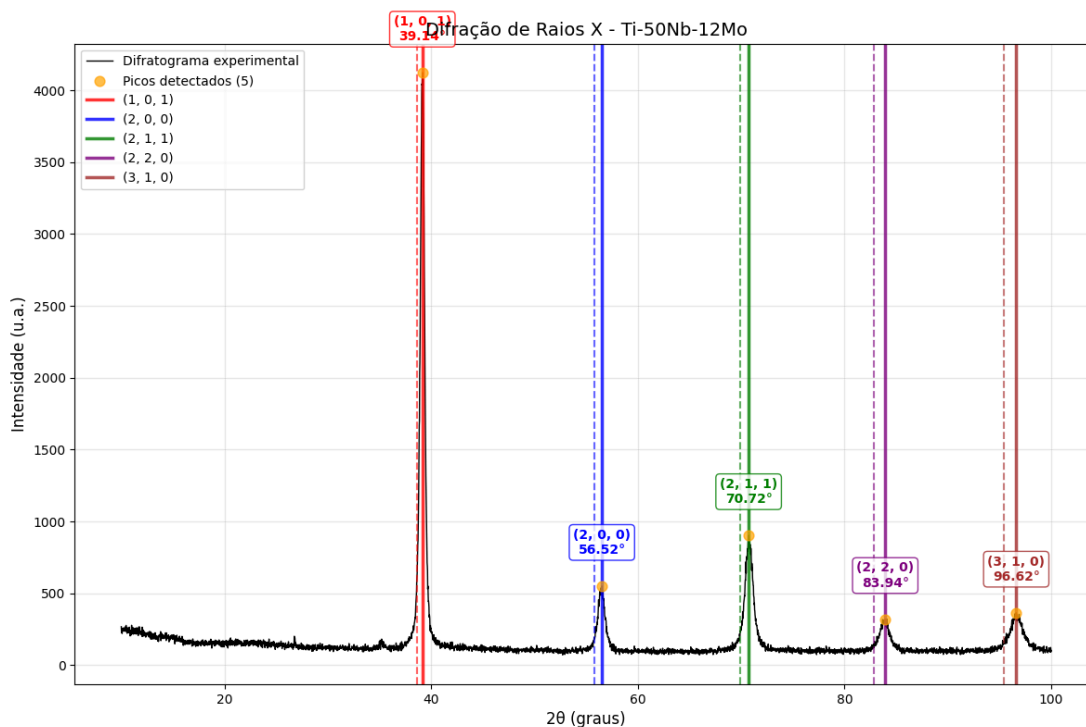
O script desenvolvido encontra-se disponível em [Repositório Público](#), permitindo a reprodutibilidade da metodologia (Melo, 2025).

Dessa forma, a metodologia adotada combinou procedimentos experimentais clássicos de difração de raios X com técnicas computacionais contemporâneas de análise de dados, resultando em uma caracterização estrutural precisa, reprodutível e eficiente da liga Ti-50Nb-12Mo.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O difratograma experimental da liga Ti-50Nb-12Mo, obtido pelo difratômetro Rigaku D/Max 2100/PC e processado pelo algoritmo em Python, é apresentado na Figura 1. Observa-se a predominância da fase β cúbica (cúbica de corpo centrado — BCC) com picos bem definidos nos planos identificados por índices de Miller: (101), (200), (211), (220) e (310).

FIGURA 1. Gráfico do Difratograma liga Ti-50Nb-12Mo.



Fonte: Autor (2025)

A identificação dos picos foi feita por associação automática entre os picos experimentais e os ângulos teóricos, usando tolerância de $\pm 3^\circ$ em 2θ (ver Seção 3). As discrepâncias $\Delta 2\theta$ entre valores experimentais e teóricos variaram entre $0,50^\circ$ e $1,19^\circ$ (Tabela 1), valores compatíveis com desvios instrumentais e efeitos de tensões residuais/erro de indexação para amostras policristalinas.

TABELA 1. Comparação entre ângulos teóricos e experimentais da liga Ti-50Nb-12Mo.

Plano	2θ Teórico (°)	2θ Experimental (°)	Intensidade (u.a.)	$\Delta 2\theta$ (°)
101	38,64	39,14	4121	0,50
200	55,79	56,52	550	0,73
211	69,92	70,72	903	0,80
220	82,86	83,94	320	1,08
310	95,43	96,62	364	1,19

A Tabela 2 resume os cálculos cristalográficos obtidos a partir dos cinco picos selecionados. Os valores individuais de a variaram entre 0,3259 nm e 0,3269 nm, com média $\bar{a} = 0,3264$ nm o raio atômico médio resultou $\bar{R} = 0,1414$ nm (ver Tabela 3 para estatísticas).

TABELA 2. Dados Cristalográficos.

Plano	$\sqrt{h^2 + k^2 + l}$	θ (graus)	$\text{sen}(\theta)$	λ (nm)	d_{hkl} (nm)	a (nm)	R (nm)
101	1,4142	39,14	0,3349	0,1544	0,2305	0,3259	0,1411
200	2,0000	56,52	0,4735	0,1544	0,1631	0,3261	0,1412
211	2,4495	70,72	0,5787	0,1544	0,1334	0,3268	0,1415
220	2,8284	83,94	0,6687	0,1544	0,1154	0,3265	0,1414
310	3,1623	96,62	0,7468	0,1544	0,1034	0,3269	0,1416

Esses resultados mostram coerência interna: a variabilidade entre medições é pequena, indicando reprodutibilidade no procedimento de indexação e cálculo.

Realizou-se análise estatística dos parâmetros a (nm) e R (nm) gerados pelas cinco reflexões. Os resultados estatísticos encontram-se na Tabela 3.

Os testes de normalidade de Shapiro–Wilk retornaram $p = 0,6156$ para a e $p=0,6175$ para R , não rejeitando a hipótese de normalidade com nível de significância $\alpha=0,05$; portanto, o uso de médias e intervalos de confiança paramétricos é justificado. Os intervalos de confiança de 95% foram estimados como:

- Parâmetro de rede (a): [0.3259, 0.3269] nm
- Raio atômico (R): [0.1411, 0.1416] nm

TABELA 3. Dados Estatísticos.

Medida	a (nm)	R (nm)
Valor Médio	0.3264	0.1414
Desvio Padrão	0.0004	0,0002
Erro Padrão	0.0002	0,0001
p-valor Shapiro-Wilk	0.6156	0.6175

Os valores obtidos para o parâmetro de rede e para o raio atômico da liga Ti-50Nb-12Mo mostraram-se coerentes com os reportados na literatura para sistemas à base de titânio estabilizados na fase β . O parâmetro de rede médio determinado foi de 0,3264 nm, valor compatível com a faixa típica observada em ligas Ti-Nb-Mo e Ti-Nb, cuja estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) apresenta a variando aproximadamente entre 0,325 e 0,329 nm, conforme

descrito em estudos experimentais sobre ligas β de titânio com composições semelhantes (CALLISTER, 1999; GRANDINI et al., 2009; MELO, 2025). Essa concordância indica que o teor de molibdênio adicionado à liga atuou como estabilizador eficaz da fase β , sem provocar distorções significativas na rede cristalina.

Da mesma forma, o raio atômico médio de 0,1414 nm encontra-se em conformidade com os valores característicos para ligas de titânio do mesmo sistema cristalográfico, reforçando a consistência dos resultados obtidos e a precisão do método de análise adotado.

Embora não tenha sido realizado o refinamento de Rietveld neste estudo, a baixa dispersão estatística e a boa correspondência entre os picos experimentais e teóricos conferem robustez aos parâmetros determinados, confirmando a estabilidade estrutural da liga Ti-50Nb-12Mo e sua adequação para aplicações biomédicas.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente estudo teve como objetivo caracterizar estruturalmente a liga Ti-50Nb-12Mo por meio da difração de raios X, com processamento automatizado em linguagem Python. O tratamento computacional e a análise estatística permitiram determinar com precisão os parâmetros de rede e o raio atômico da amostra, apresentando baixa dispersão e alta reprodutibilidade dos resultados.

O parâmetro de rede médio obtido ($a = 0,3264$ nm) e o raio atômico calculado ($R = 0,1414$ nm) mostraram-se consistentes com valores reportados na literatura para ligas β à base de titânio, indicando coerência estrutural com o comportamento esperado desse sistema. A aplicação de ferramentas computacionais demonstrou-se eficaz para o tratamento automatizado dos dados de DRX, garantindo precisão e confiabilidade nos cálculos cristalográficos.

Conclui-se que a metodologia empregada foi adequada para a caracterização estrutural da liga Ti-50Nb-12Mo. Recomenda-se que estudos futuros incluam ensaios mecânicos, de corrosão e citotoxicidade, a fim de ampliar a compreensão de seu potencial em aplicações biomédicas.

REFERÊNCIAS

- CALLISTER JR., WILLIAM D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1999. 623 p.
- JARABO, MARIA-ELISA PRIETO et al. **Bioresorbable molybdenum temporary epicardial pacing wires**. *Acta Biomaterialia*, v. 21, p. 12–24, 2024. DOI: 10.1016/j.actbio.2024.02.039.
- LIDE, D. R. **CRC Handbook of Chemistry and Physics: a ready-reference book of chemical and physical data**. 85. ed. Boca Raton: CRC Press, 2004. p. 2712.
- MELO, YARA KARINE. **xrd-analysis-ti50nb12mo: Aplicação da Linguagem Python e de Inteligência Artificial na Análise por Difração de Raios X da Liga Ti-50Nb-12Mo**. GitHub, 2025. Disponível em: <https://github.com/yarakarinemelo/xrd-analysis-ti50nb12mo>. Acesso em: 28 out. 2025.

- MONTGOMERY, DOUGLAS C.; RUNGER, GEORGE C. **Applied Statistics and Probability for Engineers**. 7. ed. Hoboken: Wiley, 2018.
- PARK, JOON; LAKES, R. S. **Biomaterials: An Introduction**. 3. ed. New York: Springer, 2007. 561 p. ISBN 978-0-387-37879-4.
- PYTHON SOFTWARE FOUNDATION. **Python 3 Documentation**. 2025. Disponível em: <https://docs.python.org/3/>. Acesso em: 10 out. 2025.
- REDLICH, CHRISTIAN et al. **Molybdenum: a biodegradable implant material for structural applications?** Acta Biomaterialia, v. 104, p. 241–251, 2020. DOI: 10.1016/j.actbio.2019.12.031.
- SANTOS, GUILHERME HERNANDES DE OLIVEIRA et al. **Determinação da densidade experimental de uma liga de titânio para aplicações biomédicas**. Revista Brasileira de Iniciação Científica (RBIC), v. 8, ed. 021007, p. 1–18, 2021.
- TOSCHKA, A. et al. **Molybdenum as a potential biocompatible and resorbable material for osteosynthesis in craniomaxillofacial surgery — an in vitro study**. International Journal of Molecular Sciences, v. 23, n. 24, p. 15710, 2022. DOI: 10.3390/ijms232415710.
- VASCONCELOS, YURI; CHAVES, LÉO RAMOS. **O polêmico nióbio**. Pesquisa FAPESP, ed. 277, p. 64–69, mar. 2019.
- WILSON, J. **Metallic Biomaterials: State of the Art and New Challenges**. Karaikudi: Department of Bioelectronics and Biosensors, Alagappa University, [s.d.].