

ESTIMATIVA DA ESPESSURA DE NANOTUBOS ATRAVÉS DE DADOS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Marcela E. M. Faria^{1,2}, Marina M. Leite³, Rodrigo U. Ichikawa¹, Flávio M. Vichi³, Xavier Turrillas^{1,4}, Luis G. Martinez¹

¹ Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Av. Lineu Prestes, 2242 - CEP 05508-000, São Paulo - SP

² Faculdade de Tecnologia do Estado de São Paulo, Campus Tiradentes, 01124-060, São Paulo - SP

³ Instituto de Química da USP, IQ-USP, Av. Lineu Prestes, 748 - CEP 05508-000, São Paulo - SP

⁴ Institut de Ciència de Materials de Barcelona, ICMAB-CSIC, Campus de la UAB 08193 Bellaterra, Barcelona, Spain
marcelaenaile@yahoo.com.br e lgallego@ipen.br

1. Introdução

Ultimamente, o grande avanço obtido com o desenvolvimento da tecnologia de materiais permitiu a síntese de materiais na escala nanométrica, os chamados nanomateriais. Um tipo de nanomaterial muito estudado atualmente são os óxidos metálicos por possuírem propriedades muito interessantes como biocompatibilidade, não-toxicidade e alto índice de refração, entre outros [1,2]. Em especial, os nanotubos TiO₂ vêm sendo aplicados em células solares, dispositivos biomédicos, sensores de gás, dispositivos para geração de hidrogênio, entre outros [3,4].

Para a análise da espessura dos nanotubos de TiO₂, foram usados dados de difração de raios X com a aplicação do método de Scherrer usando-se para o ajuste do pico de difração corresponde à espessura, três funções não-lineares: função de Gauss, função de Lorentz e pseudo-Voigt. O objetivo deste trabalho é mostrar que a difração de raios X pode fornecer dados sobre a espessura de nanotubos.

2. Metodologia e Materiais

Os nanotubos foram obtidos através de síntese hidrotermal [3]. A amostra foi analisada através de dados de difração de raios X obtidos em um difratômetro Rigaku Ultima-IV. As medidas foram feitas com radiação do tipo CuK α (1,54 Å), 40 kV e 30 mA. Foram utilizados os softwares X'Pert HighScore Plus e Origin 8 para a identificação de fases e para os ajustes das funções não-lineares, respectivamente.

Os dados foram analisados através do método de Scherrer, dado pela Eq. 1.

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (1)$$

onde D é o tamanho médio de cristalitos, K uma constante relacionada ao formato dos cristalitos (neste trabalho utilizou-se 0,94), β a largura a meia altura da função ajustada, λ o comprimento de onda da radiação e θ o ângulo de Bragg.

3. Resultados

O perfil de difração do material pode ser visto na Figura 1 e a identificação de fases mostrou que o TiO₂, apresenta-se como rutilo que possui simetria cristalina tetragonal com parâmetros de rede $a = 4,49$ e $c = 2,96$ (vide inserção da Figura 1).

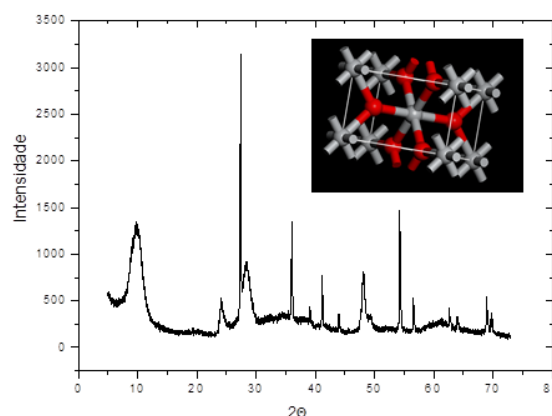


Figura 1 – Perfil de difração para amostra de nanotubos. Na inserção a estrutura cristalina do TiO₂ (rutilo).

O método de Scherrer foi aplicado ao pico correspondente à espessura dos nanotubos ($2\theta \cong 10^\circ$) usando-se funções de Gauss, Lorentz e p-Voigt (Tab. 1).

Tabela 1 – Resultados obtidos pelo método de Scherrer.

Função	θ (°)	β	D (Å)
Gaussiana	0,09	0,03	42,6 ± 0,3
Lorentziana	0,09	0,04	36,5 ± 0,5
p-Voigt	0,09	0,04	36,1 ± 0,2

Os dados da Tab. 1 foram comparados com a espessura obtida por micrografia eletrônica de transmissão [3] e mostraram-se compatíveis.

4. Conclusões

Com este trabalho foi possível concluir que o método de Scherrer pode fornecer uma estimativa confiável para a espessura de nanotubos, através da análise de dados de difração de raios X.

5. Referências

- [1] G. Mogilevsky et al., Journal Physics Chemistry, **112** (2008), 3239-3246.
- [2] G. Mogilevsky et al., Chemical Physics Letters, **460** (2008), 517-520.
- [3] M. M. Leite, Dissertação (Mestrado em Química). Instituto de Química, USP. São Paulo. 2012.
- [4] J. L. Mi, et al., CrystEngComm, **17** (2015), 6868.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Fatec-SP, ao IPEN e o IQ-USP pela infraestrutura fornecida para este trabalho.

¹ Aluno de IC