

Análises de Filmes de Ormosils por Microfluorescência de Raios-X(μ XRF) assistida por radiação Síncrotron

Orlando A. Elguera Ysnaga^{1(PG^{*})}, Ubirajara P. Rodrigues Filho^{1(PQ)}

*E-mail: orlando_elguera@iqsc.usp.br

¹Universidade de São Paulo- Instituto de Química de São Carlos. Av. Trabalhador São-carlense 400, CEP 13566-590, São Carlos, SP, Brazil.

Palavras Chave: (Ormosils, μ XRF, GIXRF)

Introdução

Ormosils (Silicatos Organicamente Modificados) são materiais híbridos com características inorgânicas e orgânicas. O método escolhido para preparar estes materiais foi o Processo Sol-Gel. Em nosso grupo estamos interessados na quantificação de filmes finos de Ormosils contendo Fosfotungstato ($PW_{12}O_{40}$)³⁻ e dopados com Titânio (Ti), para poder correlacionar sua composição com sua estrutura e com suas propriedades (fotocatalíticas e fotocromicas) [1]. Este trabalho propõe o uso de Fluorescência de Raios-X(XRF) nas modalidades de Microfluorescência (μ XRF) e de Incidência em Ângulo Rasante (GIXRF) assistidas por Radiação Síncrotron. Microfluorescência de raios-X(μ XRF) fornece informação detalhada sobre as distribuições elementares ao nível de traços e bulk. GIXRF é uma metodologia de análise de traços, onde o feixe de Raios-X primário incide na amostra em ângulo rasante ($<1^\circ$). Quando estas metodologias são assistidas por radiação Síncrotron melhora os limites de detecção obtidos com o tubo de raios-X de laboratório incrementando sua sensibilidade e reduzindo o ruído de fundo [2,3]. Nossa metodologia está baseada no estudo comparativo entre os resultados obtidos por μ XRF e GIXRF para o dopante (Ti) e entre μ XRF e ICP-OES para o elemento majoritário Tungstênio(W).

Resultados e Discussão

Mostramos na seguinte figura e nas tabelas os resultados da análise qualitativa e semiquantitativa para os filmes finos de ormosils. Para o mapeamento utilizamos o programa PyMca 4.0. Para os cálculos μ XRF utilizamos o programa WinAxil.

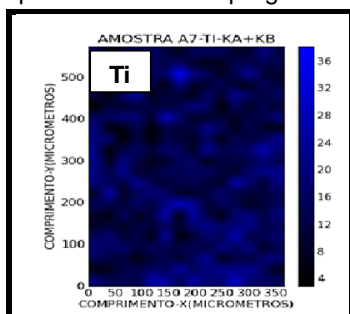


Figura1. Análise Qualitativa para Titânio: Mapeamento de Ti contido em filmes de Ormosils por μ XRF

Tabela 1. Resultados obtidos para o Titânio (Ti) contido nos filmes de Ormosils por μ -XRF e GIXRF

Ti	μ -XRF	μ -XRF	GIXRF	GIXRF
Amostra	Média(ppm)	Desvio padrão(ppm)	Média(ppm)	Desvio padrão(ppm)
A7	408	106	511	56

Tabela 2. Resultados obtidos para o Tungstênio (W) contido nos filmes de Ormosils por μ -XRF e ICP-OES

W	μ -XRF(Winaxil)	μ -XRF(Winaxil)	ICP-OES	ICP-OES
Amostra	Média(%)	Desvio padrão(%)	Media(%)	Desviopadrão(%)
A7	53.98	4.79	56.80	6.64

Tabela 3. Testes estatísticos aplicados para a comparação dos resultados obtidos por μ XRF, GIXRF, ICP-OES

Amostra	Graus de Liberdade(g)		
	μ XRF	GIXRF	ICPOES
A7	120	4	4

Ti	μ -XRF	GIXRF	$\alpha=0.05$		$\alpha=0.05$	
Amostra	Desvio padrão(ppm)	Desvio padrão(ppm)	Fcalculado	Fcrítico	tcalculado	tcrítico
A7	106	56	3.58	5.66	1.92	1.9799

W	μ -XRF(Winaxil)	ICP-OES	$\alpha=0.05$		$\alpha=0.05$	
Amostra	Desvio padrão(%)	Desvio padrão(%)	Fcalculado	Fcrítico	tcalculado	tcrítico
A7	4.79	6.64	1.92	5.66	1.132	1.9799

- 1) μ XRF possibilitou conhecer a distribuição heterogênea do Titânio nos filmes de ormosils
- 2) Dos testes estatísticos realizados aos resultados obtidos por μ XRF e GIXRF(para Ti) e de μ XRF e ICP-OES(para W), deduzimos que não existe diferença significativa entre estas metodologias aplicadas aos filmes de ormosils.

Conclusões

- 1) Sendo ainda resultados preliminares, μ XRF assistida por radiação Síncrotron demonstrou ser uma metodologia de análise qualitativa e semiquantitativa para os filmes de ormosils.

Agradecimentos

Agradecemos às agências FAPESP e CNPQ pelo apoio financeiro, ao LNLS pelas medidas GIXRF e μ XRF e ao Dr. Carlos Pérez por sua ajuda.

¹M. de Oliveira Jr., A. Lopes de Souza, J. Schneider, U. Pereira Rodrigues-Filho. Chem. Mat. 2011, 23,4,953

²Beckhoff, B.; Kanngießer, B.; Langhoff, N. Wedell, R.; Wolff, H.: "Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis" Springer Verlag Germany 2006 Pages 522-523, 736-737

³Tsuji, Kouichi:

"Micro-X-Ray Fluorescence"

Encyclopedia of Analytical Chemistry, Online 2010