

Estudo de Distribuição de fases Rutilo/Anatase em Filmes de TiO₂ Nanocristalino por Microscopia Raman Confocal

André L. A. Parussulo^{*} (PG)¹, Juliano A. Bonacin (PQ)¹, Sérgio H. Toma(PQ)¹, Koiti Araki (PQ)¹ e Henrique E. Toma (PQ)¹

¹Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo-SP-Brasil. *andrearaujo@usp.br

Palavras Chave: Filmes Nanoestruturados, TiO₂, Microscopia Raman Confocal

Introdução

Dióxido de titânio (TiO₂) tem sido intensamente investigado devido as suas propriedades ópticas, fotocatalíticas¹ e eletroquímicas². As principais fases do material cristalino são a anatase e o rutilo.

A fase anatase é empregado em catálise e suportes, enquanto a fase rutilo é mais utilizada para óptica e eletrônica.

Sendo assim, a caracterização de fases cristalinas e a sua distribuição é muito importante para o desenvolvimento desta área. Neste trabalho foi realizada a caracterização e distribuição rutilo/anatase de um filme de TiO₂ nanocristalino pela técnica de Microscopia Raman Confocal.

Resultados e Discussão

A solução coloidal foi preparada pela mistura de 6 g de TiO₂ P25 da Degussa (partículas de dimensão próxima a 30 nm que contém 70% anatase e 30% rutilo) com 2 mL de água deionizada e 0,2 mL de acetilacetona, em um almofariz com um pistilo por 40 min. Finalmente, uma solução formada por 0,1 mL de Triton-X 100 e 8 mL de água foram adicionados à mistura, resultando na solução coloidal.

O método empregado para o espalhamento da solução coloidal de TiO₂ sobre vidro foi a aplicação com bastão de vidro. Os filmes foram secos em temperatura ambiente e sinterizados a 450 °C por 30 min.

O espectro Raman do filme, obtido com um laser de excitação em 532 nm, apresentou bandas em 143, 144, 196, 396, 450, 518, 618 e 640 cm⁻¹. As bandas em 144, 196, 396, 518 e 639 são atribuídas a fase anatase, enquanto as bandas em 143, 450 e 618 a fase rutilo¹. Isso mostra que estão presentes as duas formas cristalinas.

Para verificar a distribuição de fase foi obtida uma imagem Raman bidimensional do filme. As bandas em 396 e 450 cm⁻¹ foram escolhidas para realizar o imageamento. O resultado da imagem 2D (Fig. 1) é mostrado como uma imagem claro-escuro de cada banda seleciona, onde claro representa maior intensidade da banda. A imagem 2D demonstrou que o aumento da fase rutilo (450 cm⁻¹) é acompanhada pela diminuição da fase anatase (396 cm⁻¹), como pode ser observado na Fig. 2.

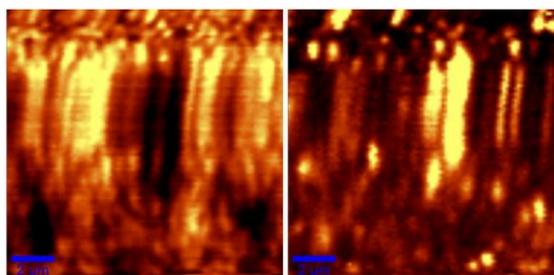


Fig. 1- Imagem Raman Confocal 13x13 μm² utilizando objetiva com aumento de 100 X. Imageamento em 396 cm⁻¹ (esquerda) e 450 cm⁻¹ (direita).

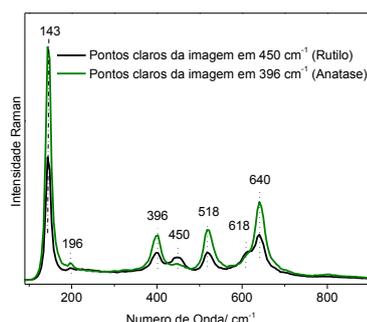


Fig. 2- Espectro Raman focal dos pontos com maior intensidade das bandas.

A imagem e os espectros Raman focais demonstraram que o filme apresenta domínios da fase anatase e da fase rutilo com dimensões micrométricas. Este padrão de distribuição, provavelmente, foi gerado no processo de sinterização através da segregação das fases em volta de um germen do cristal.

Conclusões

A utilização de Raman Confocal neste caso foi uma excelente técnica para verificação do tipo e distribuição de fases cristalinas no filme de TiO₂. Foi observado que as duas fases estavam presentes e segregadas, formando domínios preferenciais na região estudada.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq, IM²C, RENAMI.

1- Chen, C.A.; Huang Y. S.; Chung W.H.; Tsai D. S.; Tiong K. K.; J. Mater Sci: Mater Electron 2009, 20
2-O'Regan, B.; Gratzel, M. *Nature* **1991**, 353, 737-740.