

Prospecção de Dados em Imagens de Microscopia Eletrônica de Transmissão e em Espectros de Energia Dispersiva de Raios-X.

Luana E.C. Siqueira^{1*}(IC), Tiago A.G. Silva² (PG), Liane M. Rossi² (PQ), Érico Teixeira Neto^{1,2} (PQ)
luana.siqueira@aluno.ufabc.edu.br

1 - Centro de Ciências Naturais e Humanas – Universidade Federal do ABC, Santo André, SP, Brasil.

2 - Instituto de Química – Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil.

Palavras Chave: Nanopartículas Metálicas, Catalisadores Heterogêneos, Microscopia Eletrônica de Transmissão, Microanálise, Estatística Descritiva, Heterogeneidade Composicional.

Introdução

A técnica de Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM, na sigla em inglês) permite a aquisição de imagens e de informação espectroscópica com alta resolução espacial. Uma sonda eletrônica nanométrica pode ser gerada e precisamente posicionada pelo TEM sobre áreas de interesse das amostras. Espectros de Energia Dispersiva de Raios-X (XEDS) podem ser então medidos e usados para identificar e quantificar os elementos constituintes dessas áreas.¹

Os produtos de uma sessão de microscopia são imagens de TEM e espectros de XEDS de áreas selecionadas. Apenas seguindo metodologias de prospecção de dados bem definidas é que se pode obter informação detalhada sobre a morfologia dos nanomateriais investigados. Nesse trabalho, a distribuição de tamanhos de nanopartículas bimetalicas de AuPd, depositadas sobre um suporte magnético do tipo núcleo-casca de magnetita-sílica², foi medida em imagens de TEM e correlacionada com sua composição química, medida por XEDS.

Resultados e Discussão

O tamanho de 62 partículas foi medido desenhando-se o perímetro das partículas em imagens de TEM, como mostrado pela linha vermelha na Figura 1. Um software Image-Pro Plus 6.0 foi usado para determinar o diâmetro médio das áreas delimitadas. A média dos tamanhos medidos foi de 18,6 nm ± 5,2 nm.

Espectros de XEDS das mesmas partículas medidas foram adquiridos focalizando-se o feixe de elétrons do TEM. O XEDS da partícula com formato de losango na Fig. 1 foi analisado e seus picos foram identificados. O *background* médio de faixas de energia de interesse foi determinado (Fig. 1) e subtraído dos picos de Pd L α e Au L α (*insert* da Figura 2). A largura máxima a meia altura (FWHM) foi determinada para cada espectro e foi feita a integração do número de contagens de cada elemento. O %Pd, do total de contagens de Pd e de Au medido para cada partícula, está correlacionado ao seu tamanho no diagrama de pontos da Fig. 2.

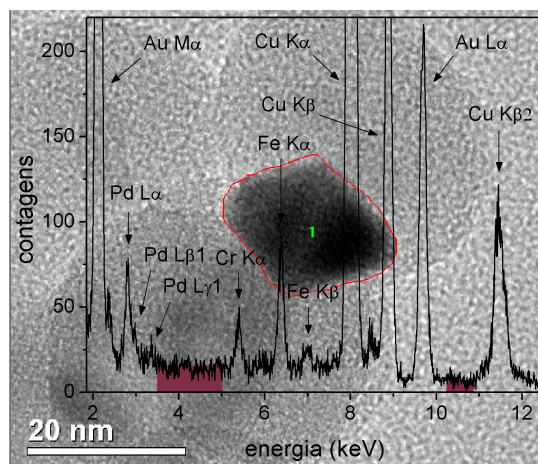
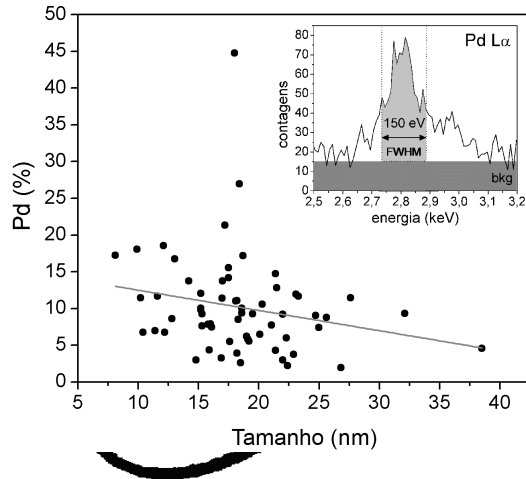


Figura 1. Imagem de TEM de campo-claro de uma nanopartícula metálica de AuPd com o espectro de XEDS da área correspondente sobreposto.



Conclusões

A correlação entre o tamanho e a composição química da população de partículas de AuPd medida demonstra que as partículas menores são mais ricas em Pd.

Agradecimentos

LME-LNLS (JEOL JEM-2100), CNPq, UFABC.

Herzing, A.A.; *et al.*, *Faraday Discuss.*, **2008**, 138, 337.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

² Rossi, L.M.; *et al. Green. Chem.* **2007**, *9*, 379.