

# Raport TEM privind analiza morfo-structurală a nanoparticulelor de NiO

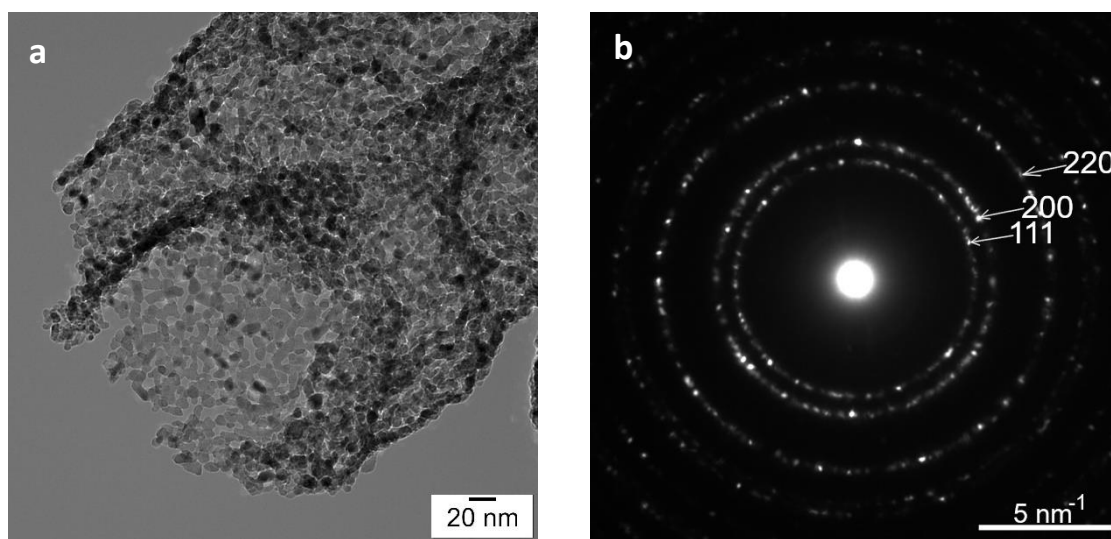
Dr. Corneliu Ghica

Drd. Cătălina – Gabriela Mihalcea

Cele patru probe au fost investigate folosind microscopul electronic prin transmisie de electroni JEOL JEM-2100 și JEOL ARM 200F. Au fost efectuate investigații de microscopie electronică convențională (CTEM), difracție de electroni pe arie selectată (SAED) și TEM de înaltă rezoluție (HRTEM).

Difractogramele de electroni au fost indexate folosind fișa cif a NiO cubic (CFC) nr. 4329323. Distribuțiile de dimensiuni de nanoparticule au fost realizate în urma măsurării a 150-300 de nanoparticule dintr-o imagine TEM obținută la mărire mică și fitate ulterior folosind distribuția log-normal.

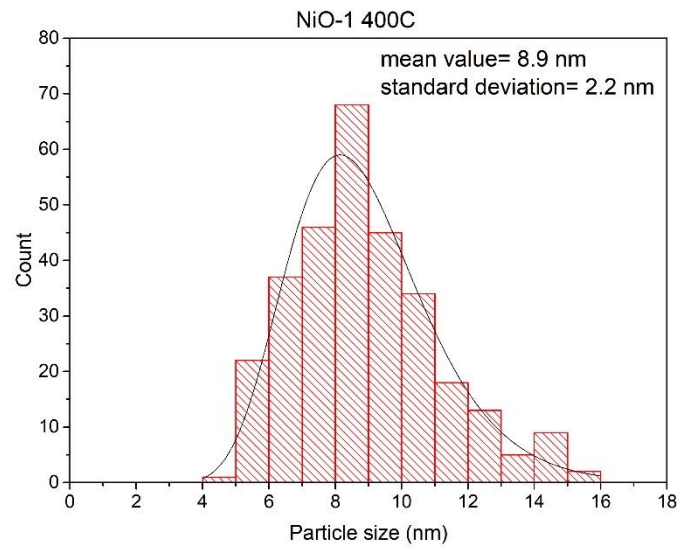
## 1. Etichetă probă: NiO-1 400C



**Figura 1** (a). Imagine TEM înregistrată pe o zonă de nanoparticule răsfirate, care evidențiază morfologia probei: nanoparticule alungite și (b) difractograma de electroni înregistrată pe această zonă, în care se pot identifica planele cristalografice (111), (200) și (220).

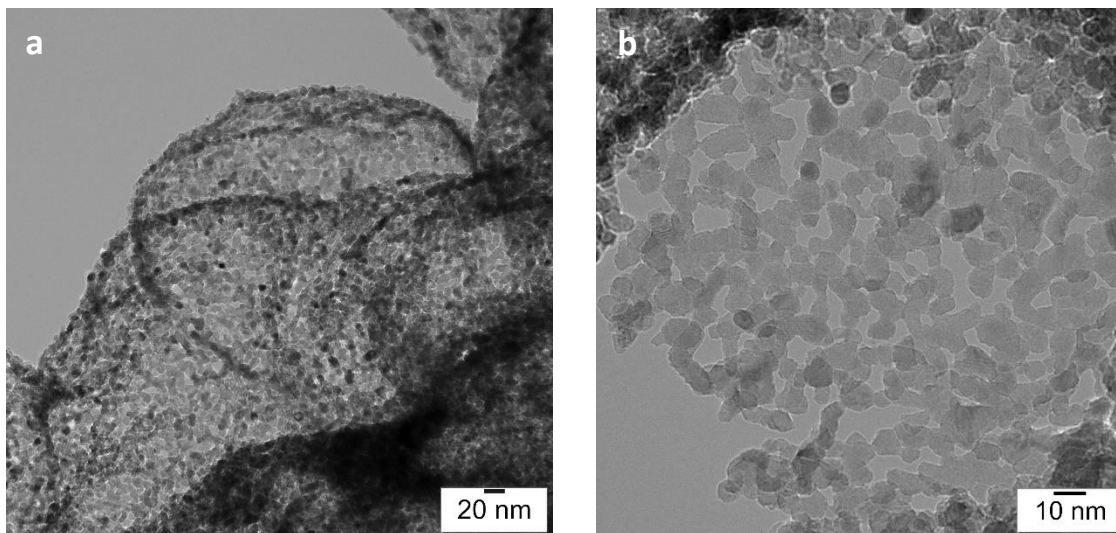
În figura 1a este ilustrată o imagine TEM care evidențiază morfologia probei: nanoparticule alungite, cu distribuție uniformă de dimensiuni. Inelele cele mai intense din difractograma de electroni (figura 1b) corespund planelor (111), (200) și (220) ale structurii CFC a NiO.

În urma fitării log-normal a distribuției de dimensiuni, s-a obținut histograma din figura 2, în care se observă că dimensiunea medie a nanoparticulelor pentru această probă este de  $8.9 \pm 2.2$  nm

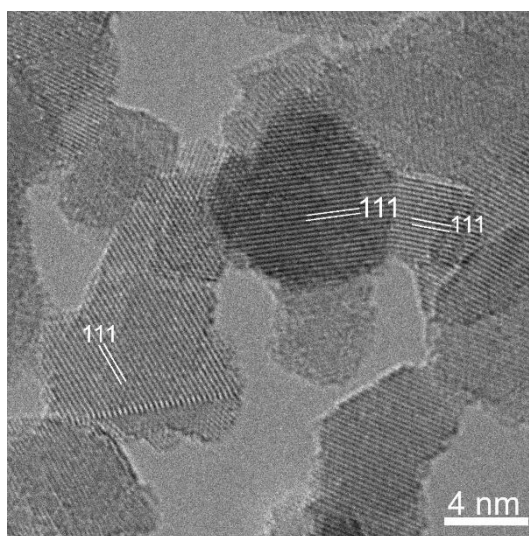


**Figura 2** Distribuția de dimensiuni a nanoparticulelor obținută pentru proba “NiO-1 400C”

În figura 3 sunt ilustrate imagini de înaltă rezoluție, care relevă distribuția uniformă a dimensiunilor (figura 3a) și forma alungită a nanoparticulelor (figura 3b).

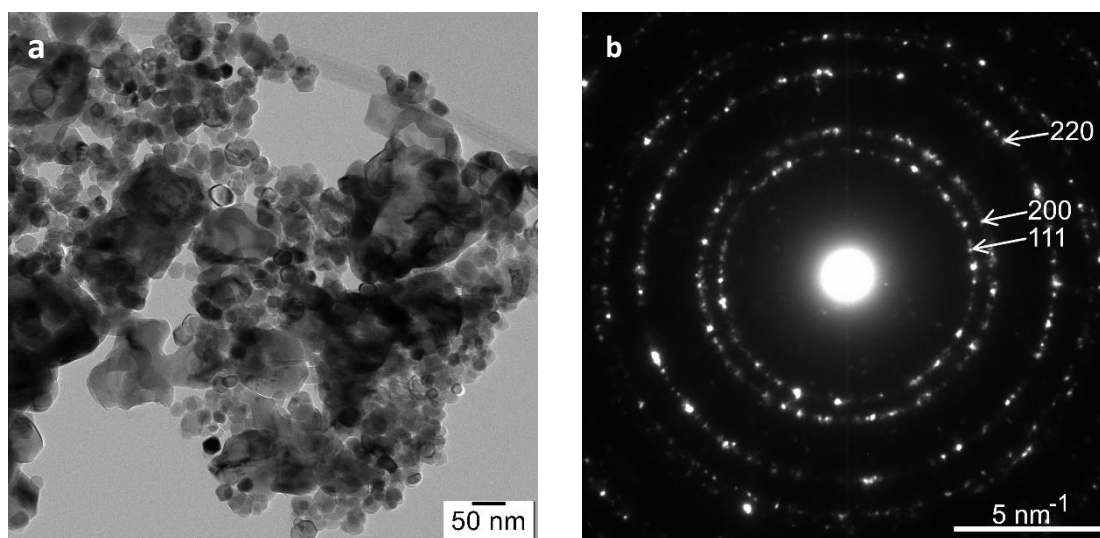


**Figura 3** Imagini HRTEM obținute la diferite mărimi



**Figura 4** Imagine TEM de înaltă rezoluție. Franjele de difracție corespund planelor (111)

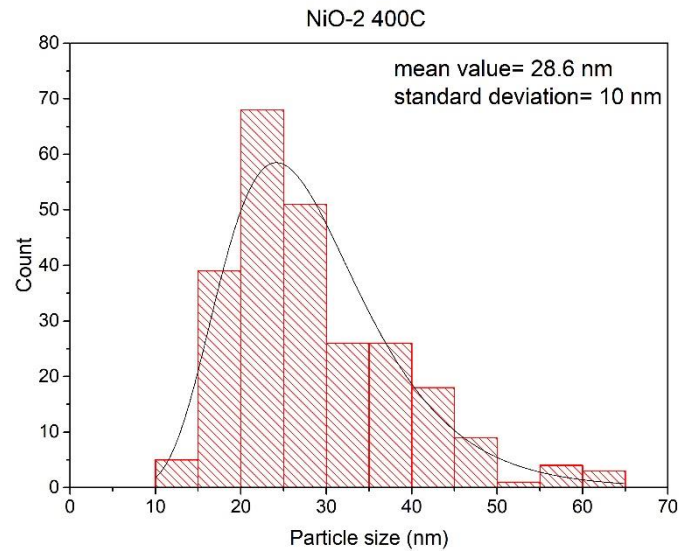
2. Etichetă probă: NiO-2 400C



**Figura 5** (a) Imagine obținută la o mărire mică, în care se observă morfologia sferică a nanoparticulelor și (b) difractograma de electroni corespunzătoare

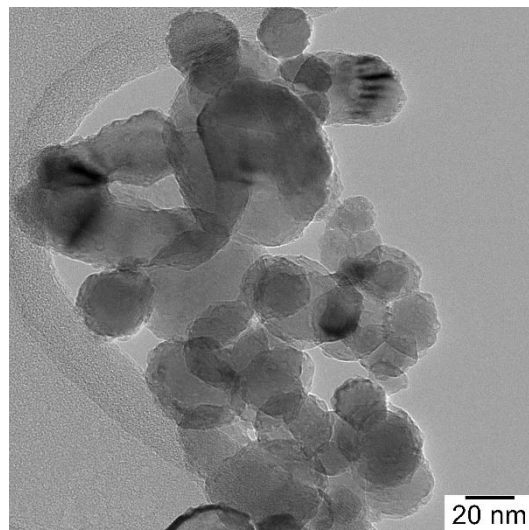
Imaginea obținută la o mărire mică arată morfologia izotropă a nanoparticulelor și o distribuție neuniformă a dimensiunilor (se pot observa atât nanoparticule de mici dimensiuni, cât și nanoparticule mai mari; acest lucru este confirmat în distribuția de dimensiuni din figura 6). În urma fitării log-normal a acestei distribuții din figura 6, putem observa o creștere a

dimensiunii de particulă, comparativ cu proba etichetată “NiO-1 400C”: de la  $8.9 \pm 2.2$  nm în cazul primei probe, la  $28.6 \pm 10$  nm în cazul celei de-a doua probe.



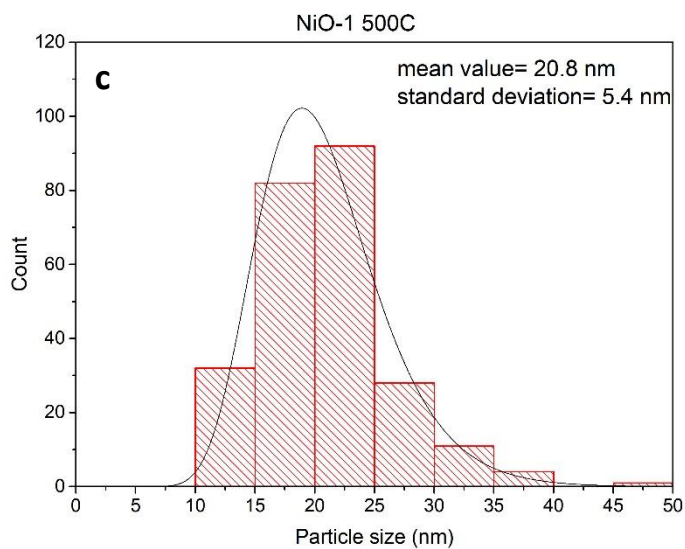
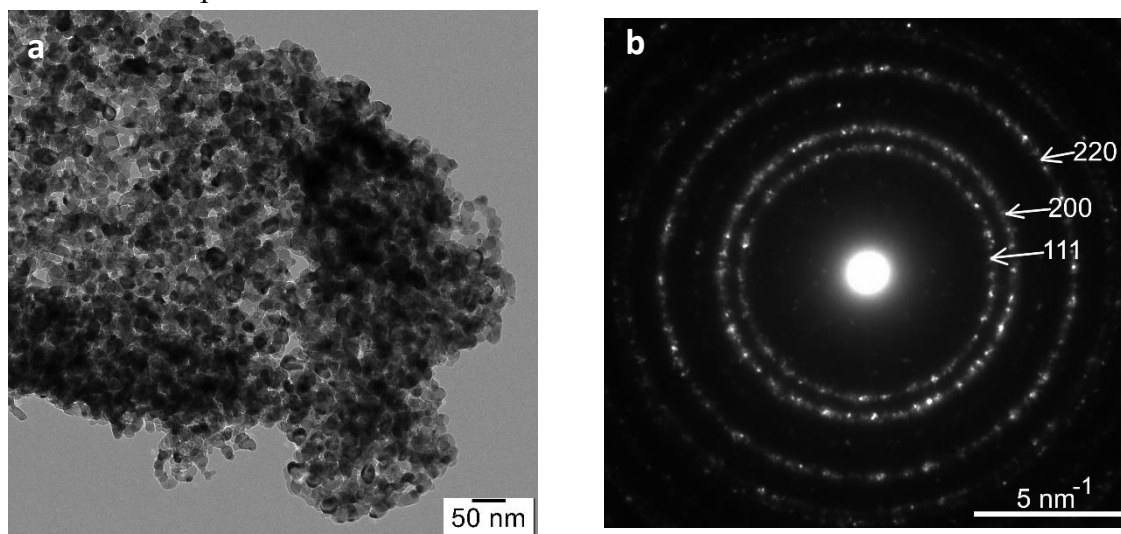
**Figura 6** Fitarea log-normal a distribuției de dimensiuni pentru proba “NiO-2 400C”

În imaginea TEM din figura 7 se observă formarea de pori în vecinătatea suprafeței nanoparticulelor. Originea acestor pori urmează să fie investigată mai amănunțit, pentru a verifica dacă apar de la metoda de sinteză sau în urma iradierii probei cu fasciculul de electroni.



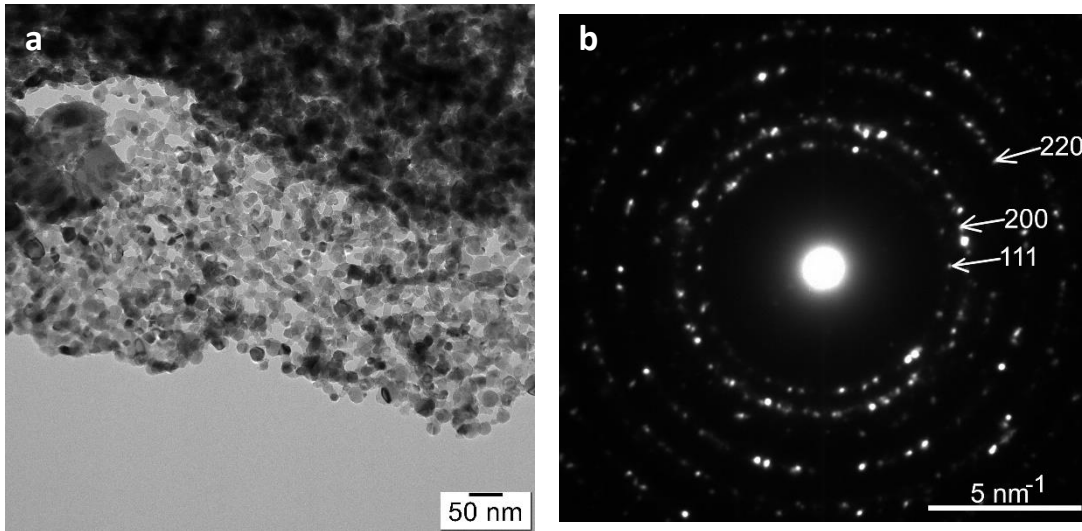
**Figura 7** Imagine HRTEM în care se remarcă prezența unor pori mici pe suprafața nanoparticulelor

### 3. Etichetă probă: NiO-1 500C

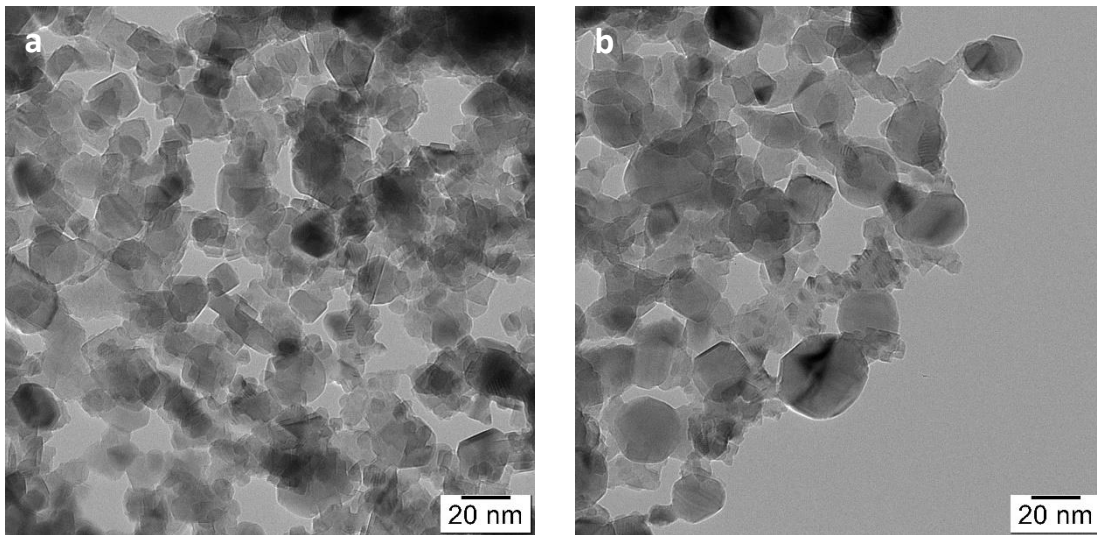


**Figura 8** (a) Imagine TEM la mărire mică, (b) difractograma de electroni corespunzătoare și (c) distribuția de dimensiuni fitată cu funcția log-normal

În figura 8a observăm nanoparticule quasi-sferice, având dimensiuni medii de  $20.8 \pm 5.4$  nm (figura 8c), iar inelele cele mai intense din difractograma de electroni corespund planurilor atomice (111), (200) și (222), ale NiO CFC.



**Figura 9** (a) Imagine TEM obținută la o mărire mică, în care se poate observa o morfologie neuniformă: nanoparticule sferice sau alungite; (b) Difractograma de electroni înregistrată pe această zonă

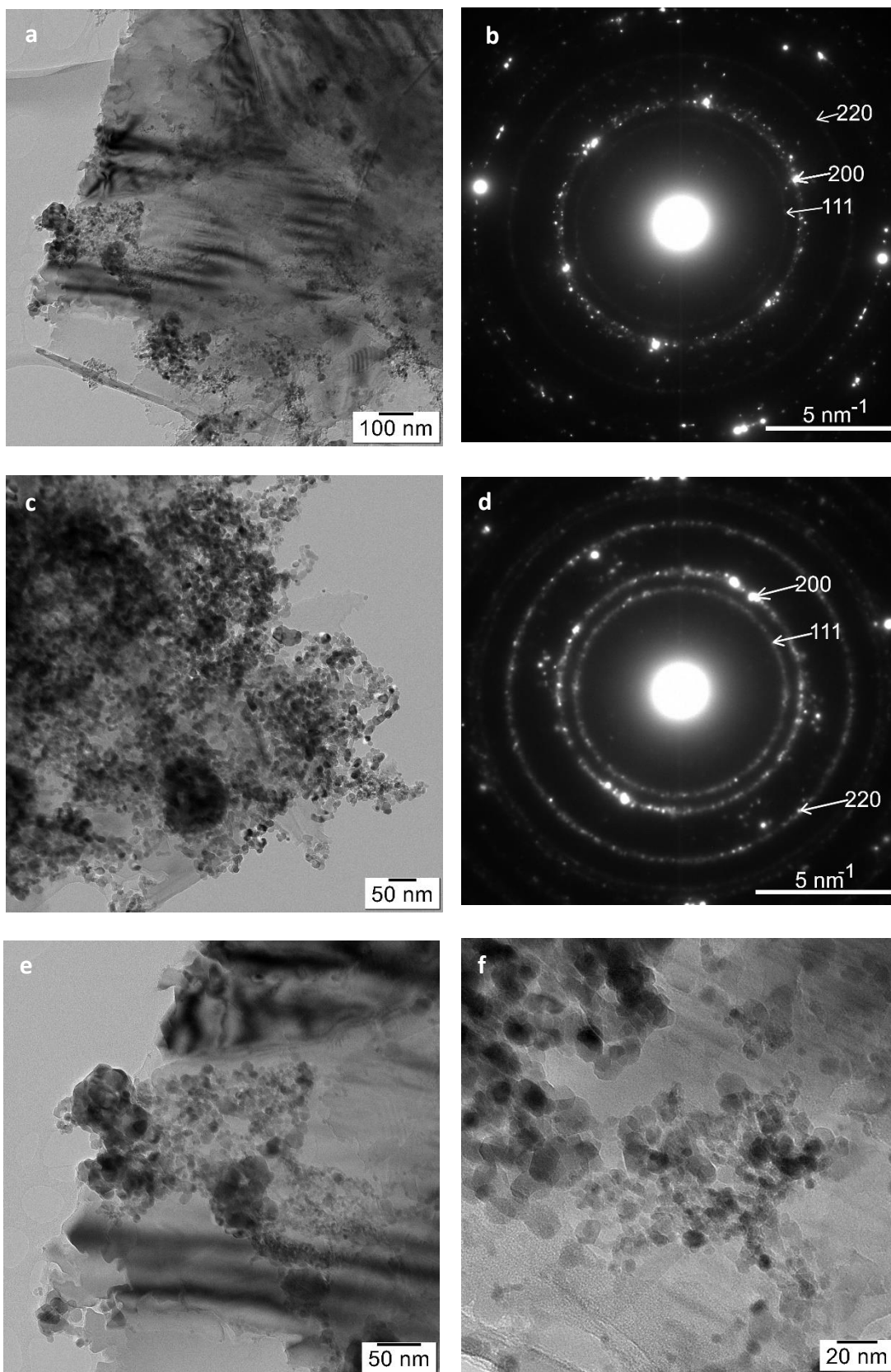


**Figura 10** (a) Imagine TEM în care se observă neuniformitatea morfologică a probei. (b) Se remarcă prezența unor structuri având dimensiuni diferite.

În figura 10a se observă nanoparticule de mai multe forme: sferice sau dreptunghiulare, precum și o tendință de fațetare a acestora.

În figura 10b, se pot vedea atât structuri de mici dimensiuni, având aprox. 5 nm, cât și particule de mari dimensiuni (aprox. 26 nm).

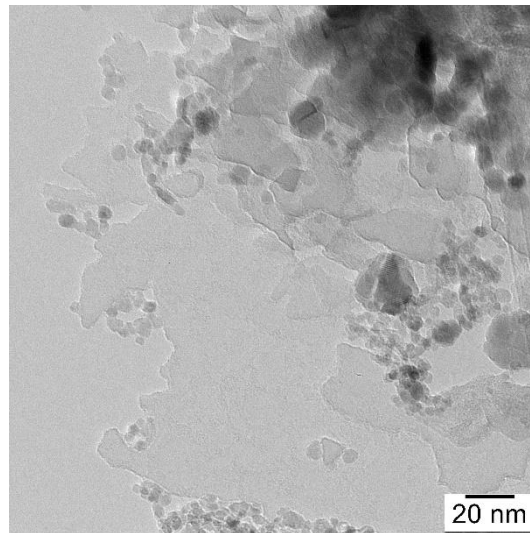
4. Etichetă probă: Ni-rGO (3) 400C



**Figura 11** (a), (c), (e) Imagini TEM la mărimi mici, în care se observă două morfologii distincte, corespunzătoare celor două faze prezente în material: NiO CFC și oxid de grafenă redus (rGO). (b) și (d) difractogramele de electroni obținute pentru două zone diferite, în care sunt identificate planele cristalografice (111), (200) și (220) ale NiO CFC (f) Se observă o distribuție neuniformă de nanoparticule

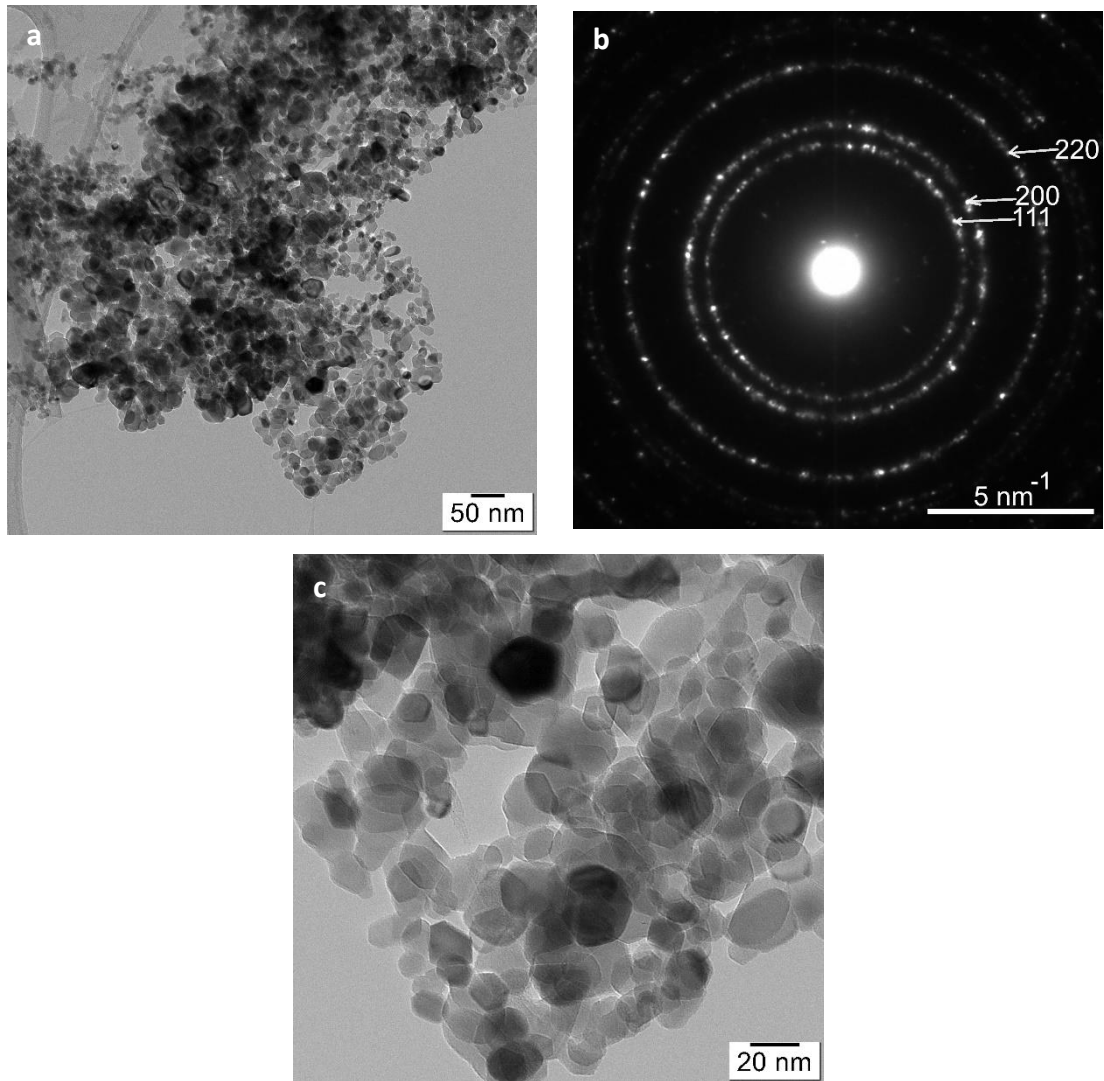
Apar neuniformități din punct de vedere morfologic și corelând imaginile din figura 11 cu cele obținute pentru celelalte probe, putem spune că nanoparticulele care apar în imaginile TEM din figura 11 a, c, e, f corespund fazei cubice de NiO, în timp ce cea de-a doua morfologie poate fi atribuită oxidului de grafenă redus.

De asemenea, se remarcă zone din probă în care predomină nanoparticulele de NiO (figura 11c, figura 13) sau oxidul de grafenă (figura 12).

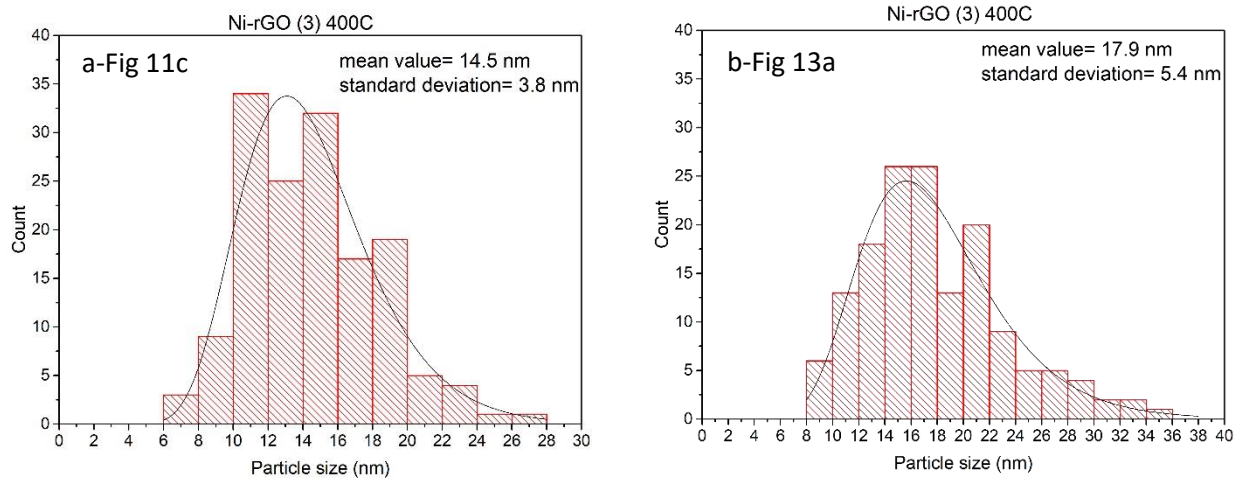


**Figura 12** Zonă din probă în care se observă predominant morfologia corespunzătoare oxidului de grafenă redus





**Figura 13** (a), (b) Imaginea TEM și difractograma corespunzătoare, obținute într-o altă zonă a probei, în care se observă absența grafenei. (c) Imagine TEM în care se remarcă o neuniformitate din punct de vedere morfologic.



**Figura 14** Distribuțiile log-normal obținute în urma măsurării nanoparticulelor din (a) figura 11c, respectiv (b) figura 13a.

Figura 14 ilustrează fitările log-normal obținute pentru două zone diferite - figura 11c- în care observăm prezența celor două faze (NiO și rGO) și figura 13a-în care apar doar nanoparticule de NiO.

Se observă o mică diferență între dimensiunile nanoparticulelor aflate în vecinătatea foliilor de rGO și cele în absența foliilor de rGO.