

Raport XRD pentru nanoparticulele de NiO

În această etapă au fost măsurate prin difracție de raze X (XRD – X-ray diffraction) un număr de patru probe sub formă de pulbere cu granulație fină, fără a fi necesară o preparare specifică. Măsurătorile au fost efectuate folosind difractometrul Bruker *D8 Advance* în geometrie Bragg-Brentano, cu anod de *Cu* și filtru *Ni* (radiație $k\alpha$, $\lambda = 0.154184$ nm) într-un domeniu unghiular larg, până la $2\theta = 140^\circ$, pentru o mai bună precizie în determinarea parametrilor de rețea.

În figura 1 sunt reprezentate difractogramele celor patru probe. Probele NiO-1_400, NiO-1_500 și NiO-2_400 prezintă difractograme similare, indexate cu faza unică de NiO cubic, grup spațial Fm-3m (225), conform ICDD - 01-071-1179. Analiza Rietveld a difractogramelor (software *Topas v.3* - Bruker) a determinat același parametru de rețea $a = 0.4178 \pm 0.0001$ nm pentru toate probele și dimensiuni medii de cristalit $d = 11 \pm 2$ nm pentru proba NiO-1_400 și $d = 18 \pm 2$ nm pentru probele NiO-1_500 și NiO-2_400. Figura 2 prezintă ca exemplu rezultatul fitării difractogramei probei NiO-1_400 cu structura NiO cubic cu parametrii a și d menționați mai sus, demonstrând prezența unei faze unice cu graunți policristalini.

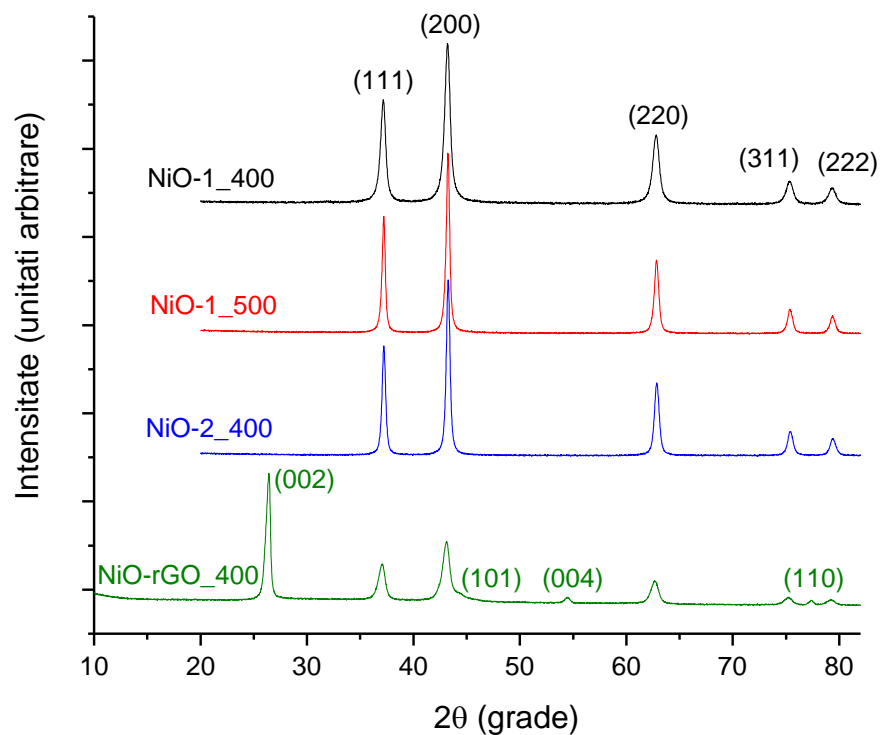


Figura 1. Difractograme de raze X ale probelor indicate. Probele NiO-1_400, NiO-1_500 și NiO-2_400 sunt indexate (etichete negre) cu faza unică de NiO cubic. Pentru proba NiO-rGO_400 a fost indexată (etichete verzi) faza suplimentară C-2H (grafit 2H).

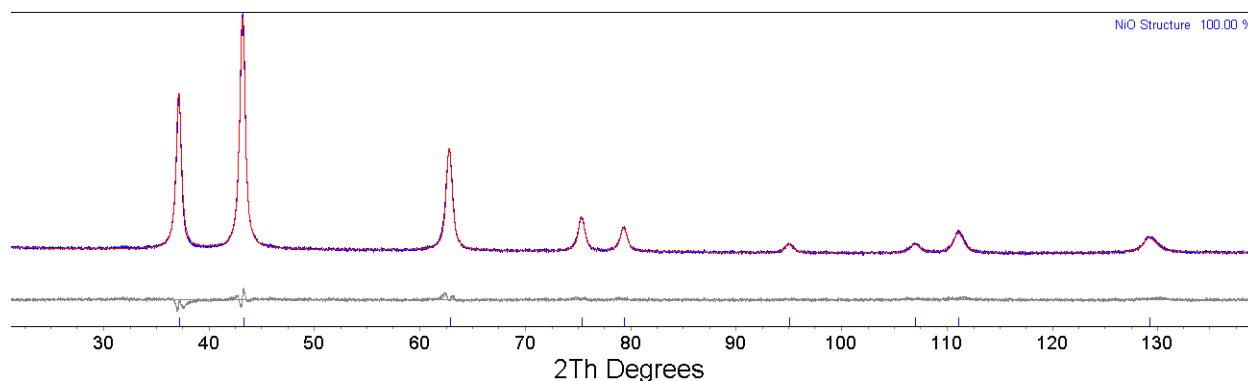


Figura 2. Difractograma de raze X a probei NiO-1_400 (albastru) și simularea cu structura NiO cubic (roșu) cu parametrii a și d menționați în text. Cu linie gri este reprezentată diferența celor două curbe.

Difractograma probei NiO-rGO_400 (Figura 1, linie verde) prezintă atât picurile fazei NiO cubic cât și picuri suplimentare indexate (etichete verzi) cu faza hexagonală C-2H (grafit 2H), grup spațial P63/mmc (194), conform ICDD - 00-056-0159, arătând că această probă reprezintă un compozit format din două faze cristaline. Analiza Rietveld a determinat pentru faza de grafit parametrii de rețea $a = 0.2460 \pm 0.0001$ nm și $c = 0.6707 \pm 0.0001$ nm și dimensiuni maxime de cristalit $d = 35 \pm 4$ nm pe direcție perpendiculară pe planul (002), la $2\theta = 26.5^\circ$, care prezintă orientare preferențială – textură. Aceasta poate sugera o morfologie preponderent plachetă. Pentru faza NiO s-a determinat parametrul de rețea $a = 0.4177 \pm 0.0001$ nm și dimensiuni medii de cristalit $d = 7 \pm 2$ nm. Figura 3 prezintă rezultatul fitării difractogramei probei cu două structuri: NiO cubic și grafit cu parametrii a și d menționați mai sus.

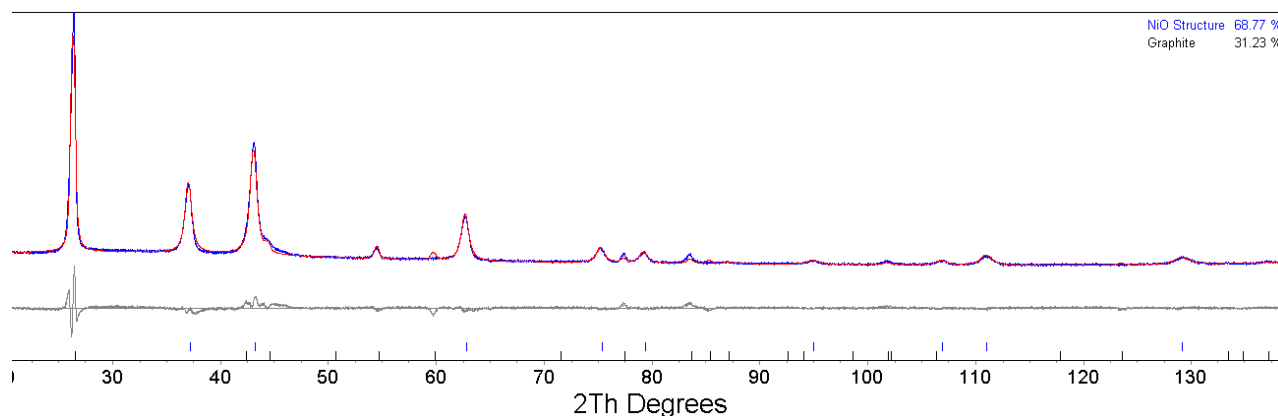


Figura 3. Difractograma de raze X a probei NiO-rGO_400 (albastru) și simularea (roșu) cu două structuri: NiO cubic și grafit cu parametrii a și d menționați în text. Cu linie gri este reprezentată diferența celor două curbe.