

DETERMINACION DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA EN TiO₂ POLICRISTALINO A PARTIR DEL PATRON DE DIFRACCION DE ELECTRONES DE AREA SELECTA (SAED)

LEYVA-PORRAS, Cesar, Centro de Investigacion en Materiales Avanzados S.C.

MIKI, Mario, Centro de Investigacion en Materiales Avanzados S.C.

ORNELAS-GUTIERREZ, Carlos, Centro de Investigacion en Materiales Avanzados S.C.

AGUILAR-MARTINEZ, Josue, Centro de Investigacion en Materiales Avanzados S.C.

GARCIA-GUADERRAMA, Marco, Centro de Investigación en Materiales DIP-CUCEI; Universidad de Guadalajara

NUMERO / CATEGORIA DEL RESUMEN

PI - 006 / Técnicas de difracción

OBJETIVO

Comúnmente la determinación del tamaño de partícula en materiales nanométricos se lleva a cabo empleando equipos que se basan en técnicas de dispersión de luz, difracción de rayos X o con microscopios electrónicos [1-2]. En difracción de rayos X, se utiliza la ecuación de Scherrer para determinar el tamaño del cristal en partículas sub-micrométricas [3]. En este sentido y con el fin de eliminar estos errores, se propuso el método de Williamson-Hall (W-H), donde se considera que el ensanchamiento de los picos se debe a la disminución del tamaño de partícula y las distorsiones cristalográficas (deformaciones) [4]. Cuando se estima el tamaño de partícula a partir de imágenes obtenidas en un microscopio electrónico de transmisión (TEM), la tarea se hace más difícil ya que es necesario medir varios cientos de partículas individualmente para así obtener un tamaño promedio y una desviación estándar que representen a la muestra [5]. Es por eso que en este trabajo proponemos un método para determinar el tamaño de partícula a partir del SAED en materiales policristalinos.

METODOS

El método primero involucra obtener un perfil de intensidad del SAED. Sobre este perfil de intensidades se aplica la metodología de W-H y se determina gráficamente el tamaño y la deformación de las partículas.

RESULTADOS

Para hacer esto, utilizamos nanopartículas de dióxido de titanio (TiO₂) en fase anatasa. Las Figuras 1A y 1B se muestran imágenes de las partículas, mientras que en la Figura 1B se presenta la distribución de tamaños calculada manualmente. Esta distribución presenta un tamaño promedio de 3.6 nm y una desviación estándar de ± 0.8 nm. La Figura 2A muestra un SAED típico, donde los anillos más intensos fueron indexados de acuerdo al PDF # 98-000-0417. La Figura 2B muestra el barrido de intensidad llevado a cabo sobre el patrón de difracción. Es claro que la selección de la cámara con la que se adquiere el SAED es muy importante, ya que la resolución de la misma puede arrojar un barrido de intensidad más fino. En nuestro caso, utilizamos una cámara Hamamatsu de baja resolución.

CONCLUSIONES

Si bien los resultados obtenidos pueden ser alentadores, creemos que falta aún considerar otros factores que contribuyan al refinamiento del método. No obstante, el método propuesto es una opción a determinar el tamaño de partículas nanométricas a partir de la difracción de electrones.

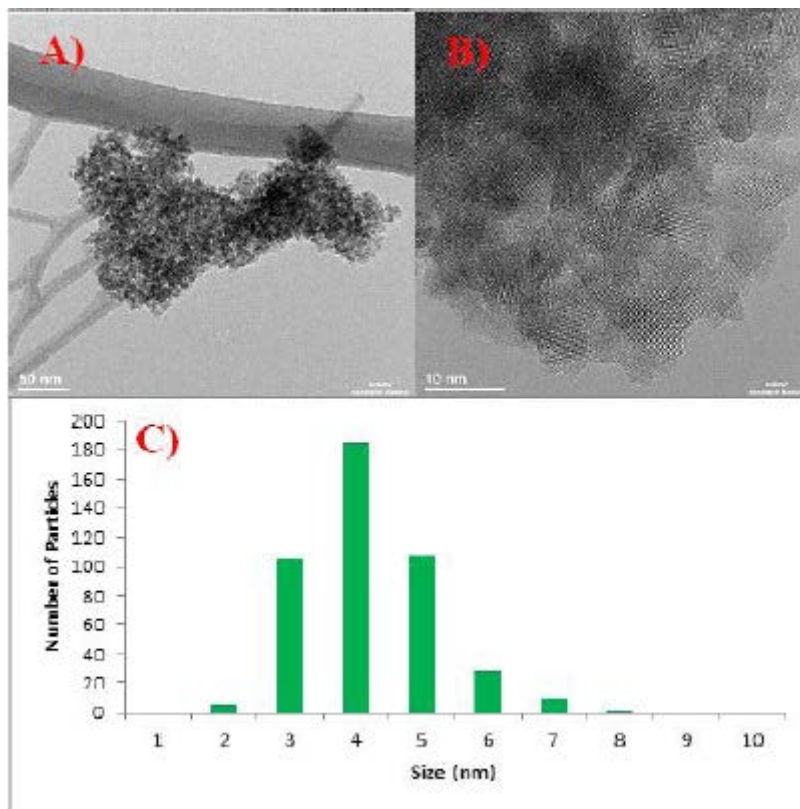
PALABRAS CLAVE

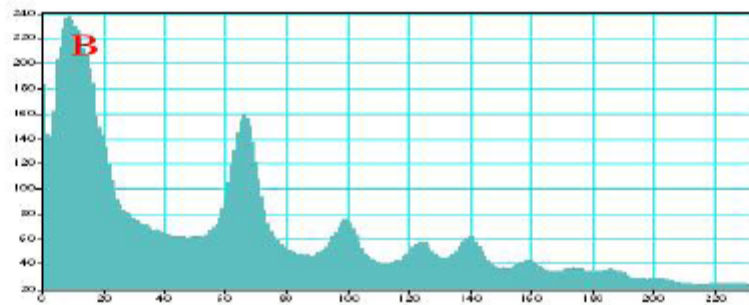
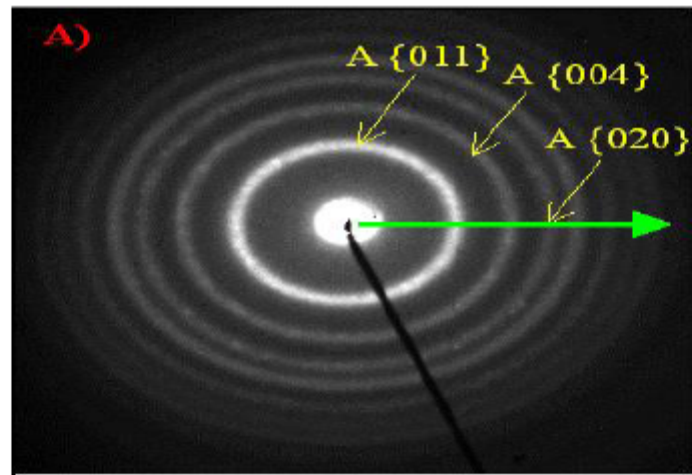
Selected Area Electron Diffraction,
Williams-Hall method,
Particle size determination
Polycrystalline TiO₂.

BIBLIOGRAFIA

[1] Wibel A., Bouchet R., Boule'h F., Knauth P. (2005) "The Big problem of Small particles: A comparison of methods for determination of particle size in nanocrystalline anatase powders" *Chem. Mater.*, 17:2378-2385. [2] Domingos R. F., Baalousha M. A., Ju-Nam Y., Reid M. M., Tufenki N., Lead J.R., Lepard G.G., Wilkinson K.J. (2009) "Characterizing manufactured nanoparticles in the environment: multimethod determination of particle sizes" *Environ. Sci. Technol.*, 23: 7277-7284. [3] Patterson A. (1939) "The Scherrer formula for X-Ray particle size determination" *Phys. Rev.*, 56: 978-982. [4] Williamson G.K., Hall W.H. (1953) "X-Ray line broadening from filed aluminium and wolfram" *Acta Metall.*, 1: 22-31. [5] Leyva C., Aguilar-Elguezabal A., Reza I. (2012) "Dispersion of Ni particles on SiO₂ by an improved incipient wetness method and full characterization by TEM" *Micros. and Microanal.*, (S2)18: 1386-1387. [6] Pyrz W.D., Buttrey D.J. (2008) "Particle size determination using Tem: A discussion of image acquisition and analysis for the novice microscopist" *Langmuir*, 24: 11350-11360.

FIGURAS





FIGURES DESCRIPTION

Figura 1: A) Imagen BF TEM de un aglomerado de nanoparticulas de TiO_2 . B) Imagen a 400KX. C) Distribución de tamaño medida manualmente. Figura 2: A) Patrón de difracción de electrones (SAED) del TiO_2 fase anatasa. Las flechas en color amarillo indican las familias de planos indexadas. La flecha en color verde indica la dirección en que se hizo el perfil de intensidad mostrado en B