

6. Estudio por Microscopía Electrónica de Transmisión

La secuencia de las morfologías identificadas por SEM en las distintas zonas del tubo reactor (Fig. 41), será la misma para la presentación de las micrográficas obtenidas por TEM.

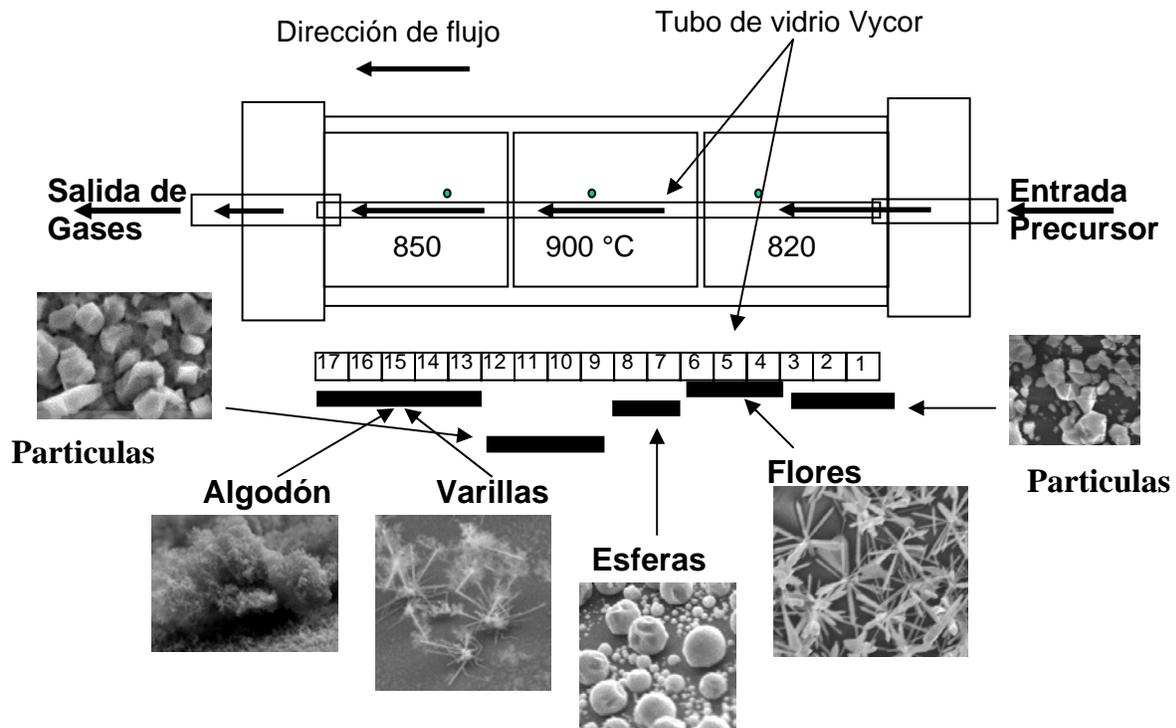


Fig. 41 Morfologías encontradas en el tubo reactor

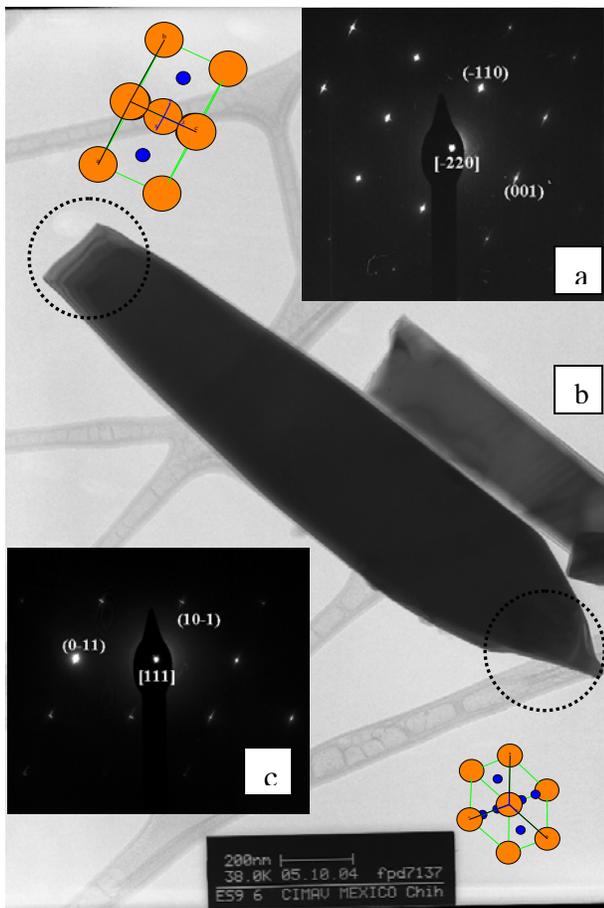


Fig. 42 Imagen por TEM. a), c) SAED y b) partículas y cristal modelado.

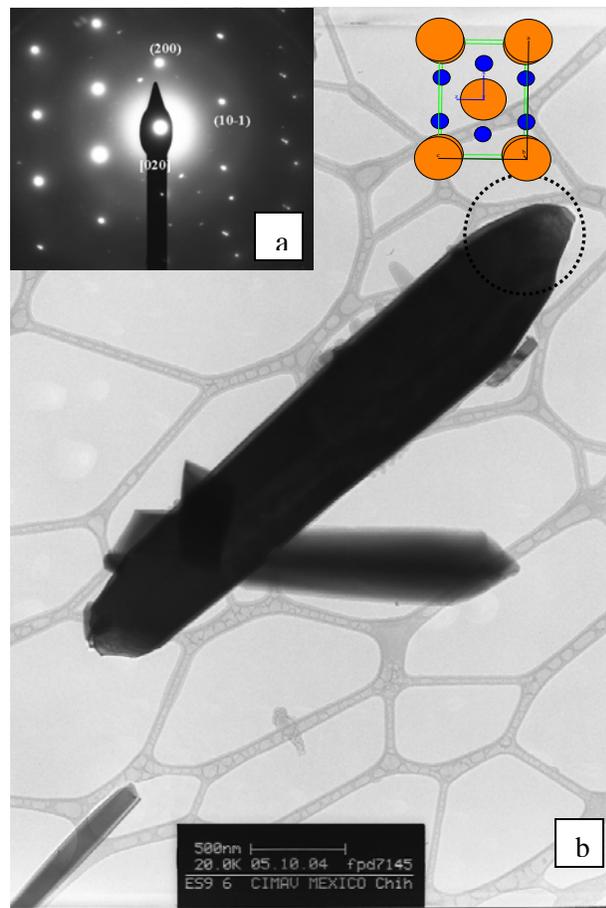


Fig. 43 Imagen por TEM. a) SAED y b) partículas y cristal modelado

Las Figs. 42 y 43 corresponden a micrografías obtenidas por TEM de las partículas tipo flores obtenidas en la sección 4 del tubo reactor. También son monocristales según el patrón de difracción adjunto en la imagen. Los cristales miden aproximadamente 1.6 μm de longitud y 400 nm de diámetro. En la Fig. 42 se observa patrón de difracción obtenido en el origen del cristal, el cual se muestra en la parte superior derecha de la figura, los puntos más cercanos se indexan con la familia de planos (-110) y (001) con eje de zona [-220], en la parte inferior se muestra el patrón de difracción obtenido en la punta de la partícula, cuyos puntos más cercanos se indexan con la familia de planos

(10-1) y (0-11) con eje de zona [111]. A la partícula de la Fig. 43 se le tomo patrón de difracción en la punta donde el espesor es menor, los planos indexan con la familia de planos (200) y (1-01) en la dirección [020]. En cada figura se agregó el cristal modelado en Carine correspondiente a cada sección de la partícula donde se tomo el patrón de difracción.

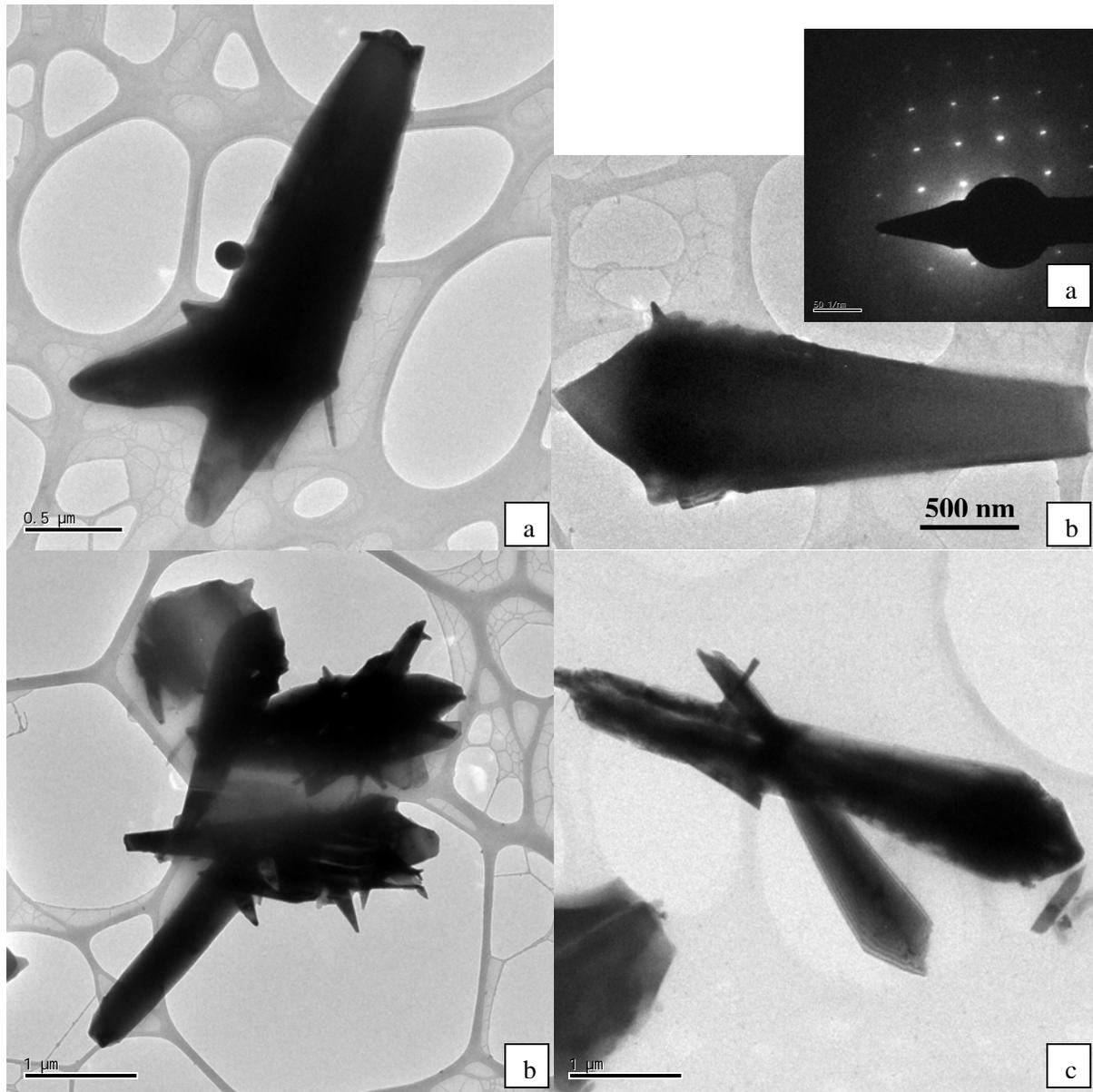


Fig. 44 Imagen por TEM.
a) y b) imagen CC de partículas de Flores.

Fig. 45 Imagen por TEM. a) SAED,
b) y c) imagen CC de Flores.

Las Figs. 44 y 45 son micrografías de campo claro en el modo TEM, en las que se observan partículas que conforman la morfología de flores, estas crecen en las zonas 4, 5 y 6 justo donde la temperatura es de 820 °C. Estas partículas crecen desde un punto hacia todas las direcciones y cada ramificación va de un diámetro menor de 100 nm a un diámetro mayor de 500 nm, a estas partículas se les observan cuatro caras con terminación en una punta aguda.

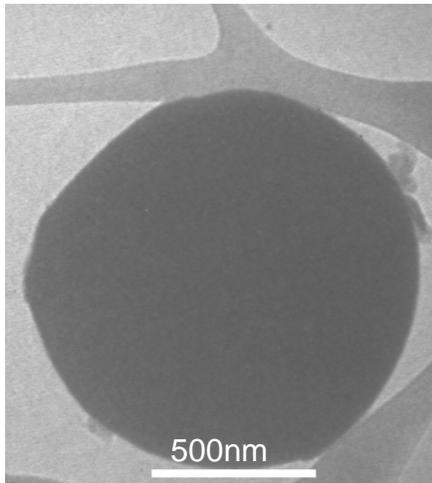


Fig. 46 Imagen por TEM de una esfera colapsada.

La morfología de esferas colapsadas se localiza en las zonas 7 y 8 del tubo reactor, en la Fig.46 se tiene una imagen típica de estas partículas obtenidas por TEM, cuyo diámetro es de aproximadamente 1 μm . En los bordes se aprecia la deformación de la esfera, la cual confirma que no es completamente esférica.

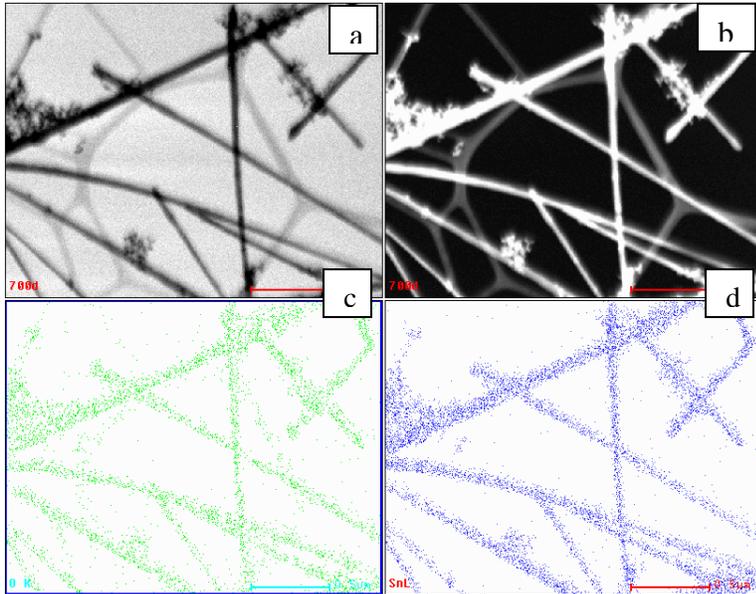


Fig. 47 Imagen de varillas en modo STEM. a) CC, b) CO, c) mapeo de Sn y d) mapeo de O₂.

A cada familia de partículas se le hizo un análisis elemental, en la Fig.47 se presenta un mapeo típico en el modo STEM, donde se aprecia una distribución uniforme del Sn y O, esta distribución homogénea se ve en todas partes del material analizado.

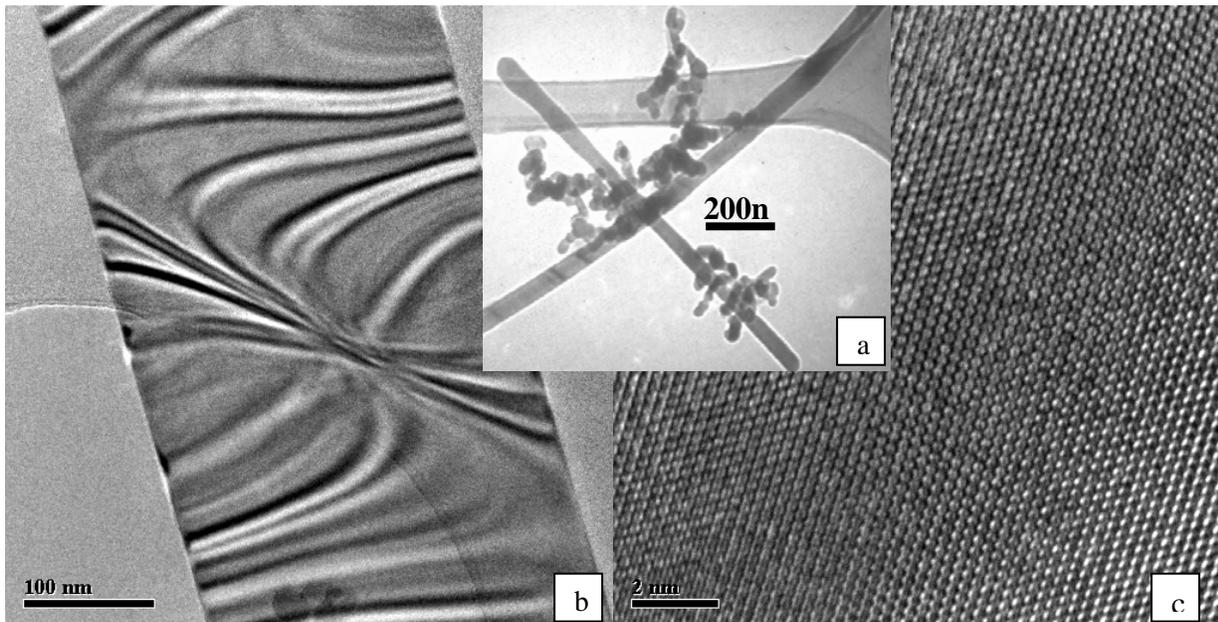


Fig. 48 Imagen por TEM de nanovarillas. a) CC, b) imagen a mayor amplificación y c) imagen HREM CC.

En la Fig. 48 se observan nanovarillas con diámetros de 80 nm aproximadamente, esta morfología la encontramos en las secciones 13 a la 17 del tubo. Esta morfología crece en su mayoría de manera lineal y algunos cristales crecen con partículas adheridas a ellas.

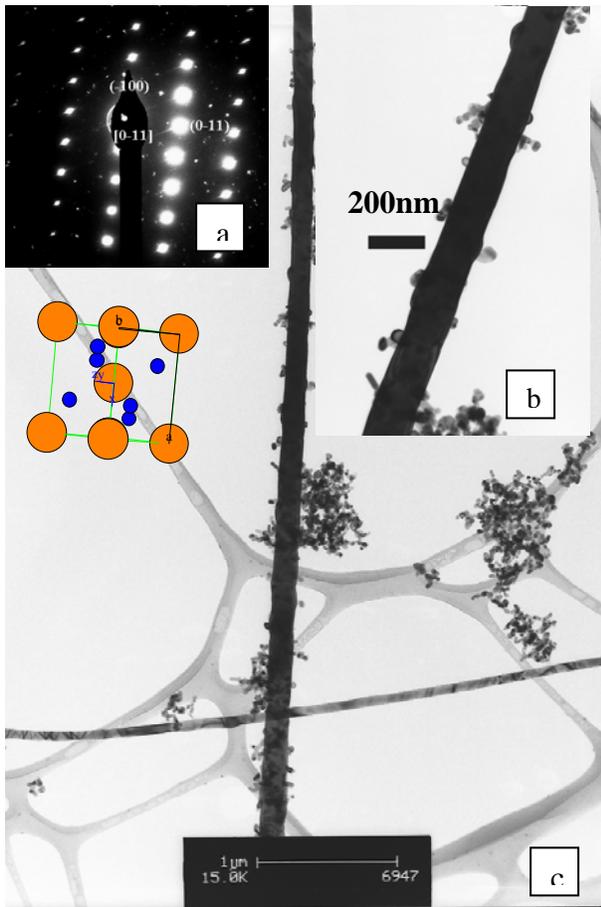


Fig. 49 Imagen por TEM de varillas. a) SAED, b) sección ampliada, c) imagen CC y cristal modelado

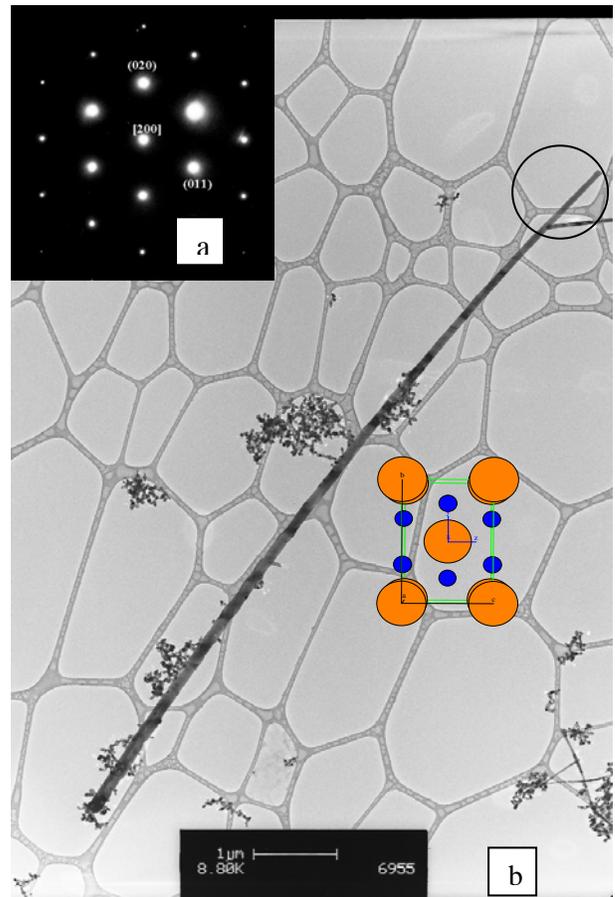


Fig. 50 Imagen por TEM de varillas. a) SAED, b) imagen CC y cristal modelado.

Las Figuras 49 a la 52 corresponden a partículas que se han obtenido entre las secciones 13 a la 17 del tubo reactor, después de atravesar la zona de alta temperatura.

La Fig. 49 corresponde a una varilla sólida con 200 nm de diámetro y más de 5 μm de longitud. Alrededor de esta varilla podemos apreciar partículas de aprox. 20 nm, estas partículas están incrustadas. En la misma imagen, se muestra su patrón de difracción en el eje de zona [0-11], la cual muestra que la varilla es un monocristal.

La Fig. 50 corresponde a una varilla con 200 nm de diámetro y 10 μm de longitud, del mismo modo crecen nanopartículas alrededor de ella. El patrón de difracción muestra que la varilla es monocristalina orientada en el eje de zona [200].

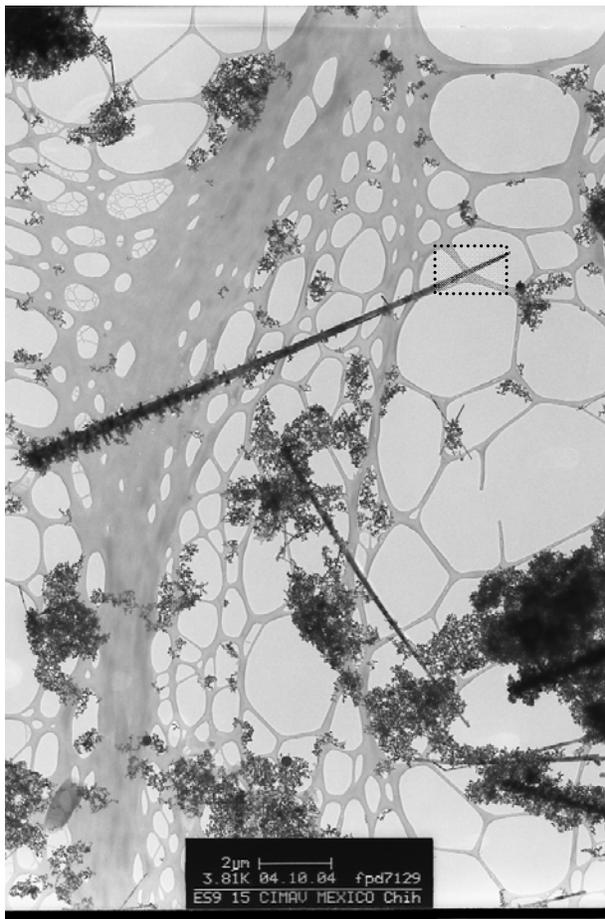


Fig. 51 Imagen por TEM de varillas

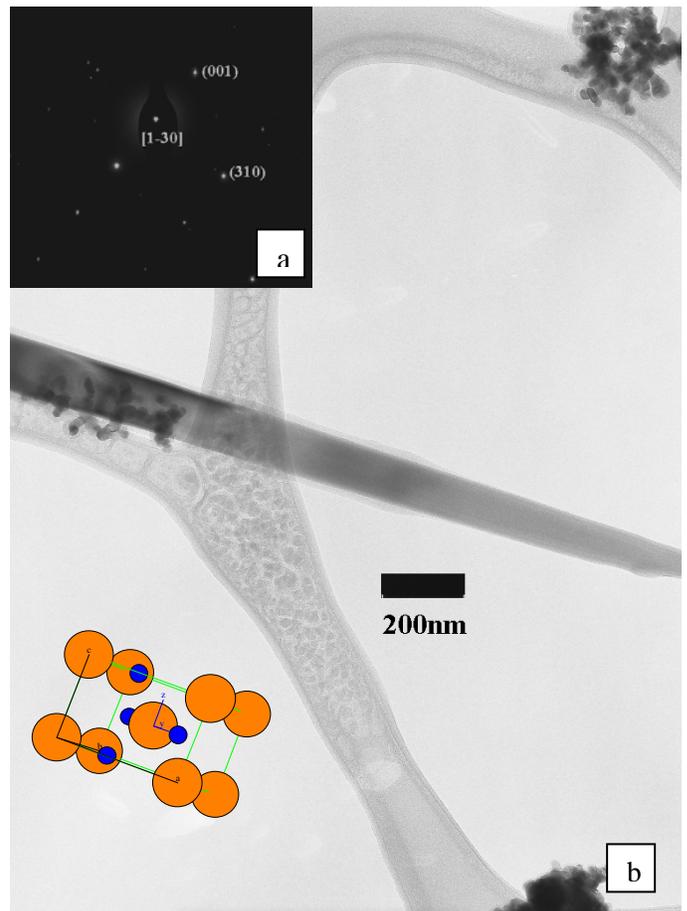


Fig. 52 Imagen por TEM de varillas.
a) SAED, b) imagen CC y cristal modelado

La Fig. 51 muestra una imagen de TEM de una varilla de óxido de estaño con partículas en un extremo, esta varilla tiene 10 μm de longitud y 150 nm de diámetro, la imagen muestra una partícula que ha crecido de forma lineal. La Fig. 52 muestra una mayor magnificación del extremo de la varilla, a la cual se le tomó patrón difracción en el eje de zona [1-30].

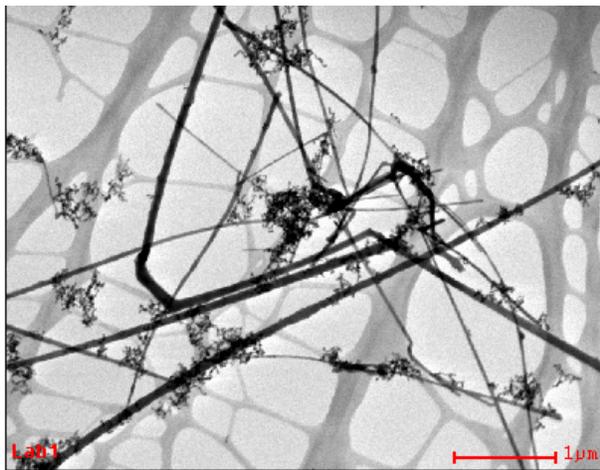


Fig. 53 Imagen CC en modo STEM

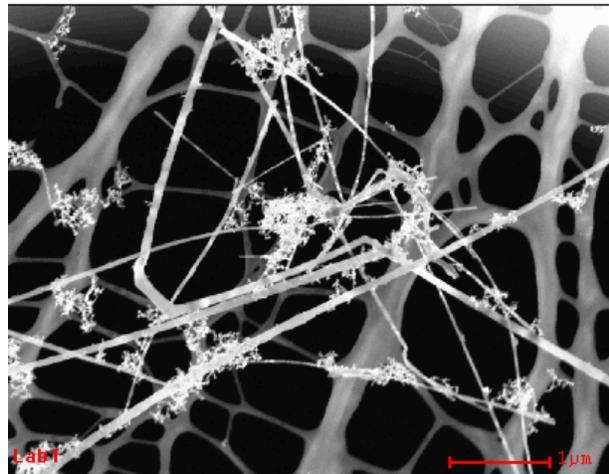


Fig. 54 Imagen CO en modo STEM

Las Figs. 53 y 54 corresponden a micrografías de campo claro CC y campo oscuro CO en modo STEM tomadas a las varillas y nanopartículas, aquí se pueden observar varillas monocristalinas que en su mayoría crecen linealmente y algunas tienen un crecimiento con cambios de dirección. La mayoría de las varillas tienen un diámetro uniforme de aproximadamente 100 nm y 5 μm de longitud, en algunas varillas se alcanza a observar franjas claras atribuidas a las diferentes familias de planos observadas en dirección al haz electrónico del microscopio. En las imágenes se encuentran las varillas acompañadas de partículas monocristalinas más pequeñas y ligeramente alargados con dimensiones de aproximadamente 50 nm de longitud. Esta

morfología es obtenida en las secciones 13-17 del tubo reactor, dichas secciones están después de la zona de mayor temperatura.

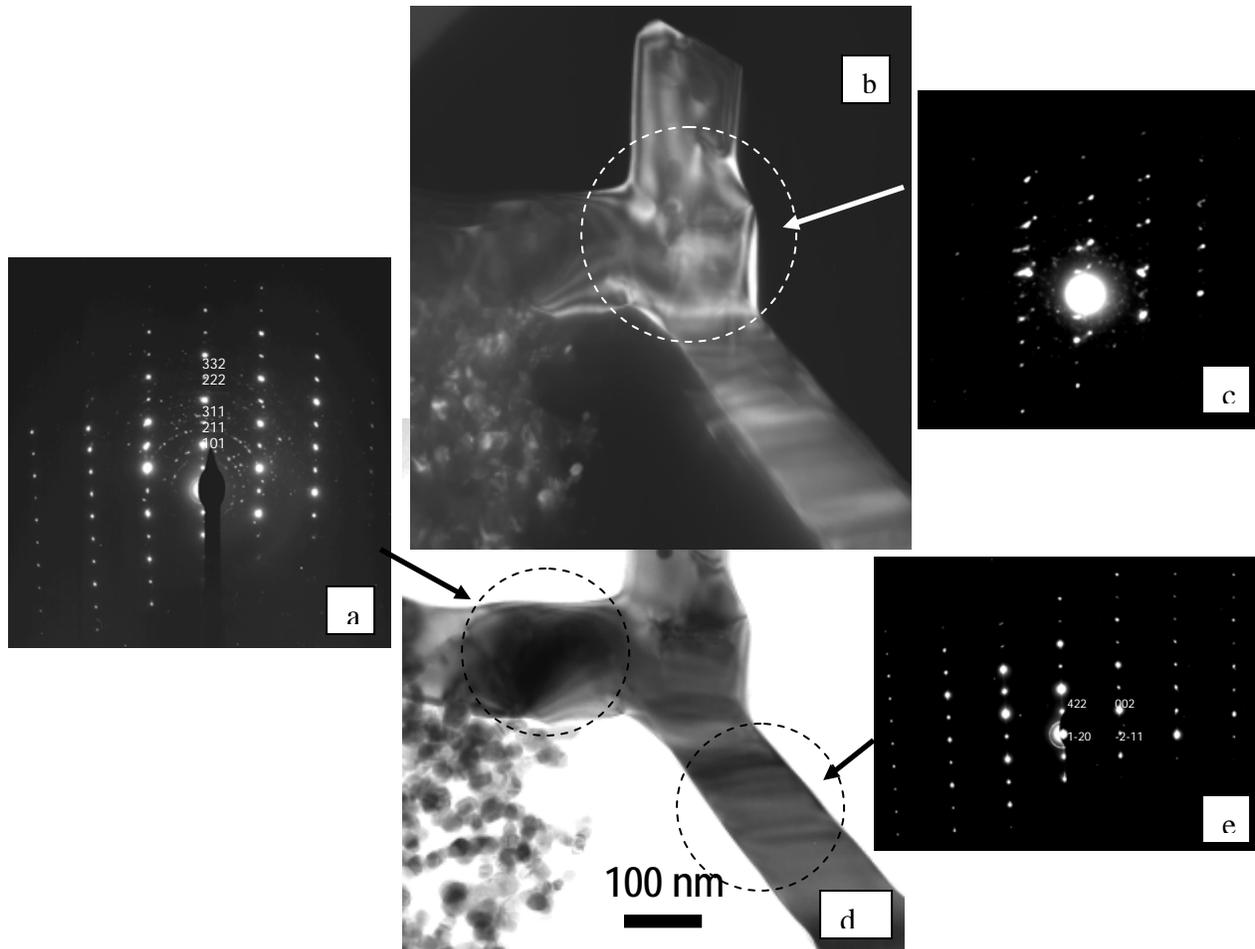


Fig. 55 Imagen por TEM de varillas de SnO₂. a), c) y e) SAED, b) Imagen CO y d) Imagen CC

En la Fig. 55 se observa la ramificación de una varilla, en campo claro y oscuro respectivamente. Los patrones de difracción de las tres zonas indicadas, muestran que es un monocristal con el mismo eje de zona.

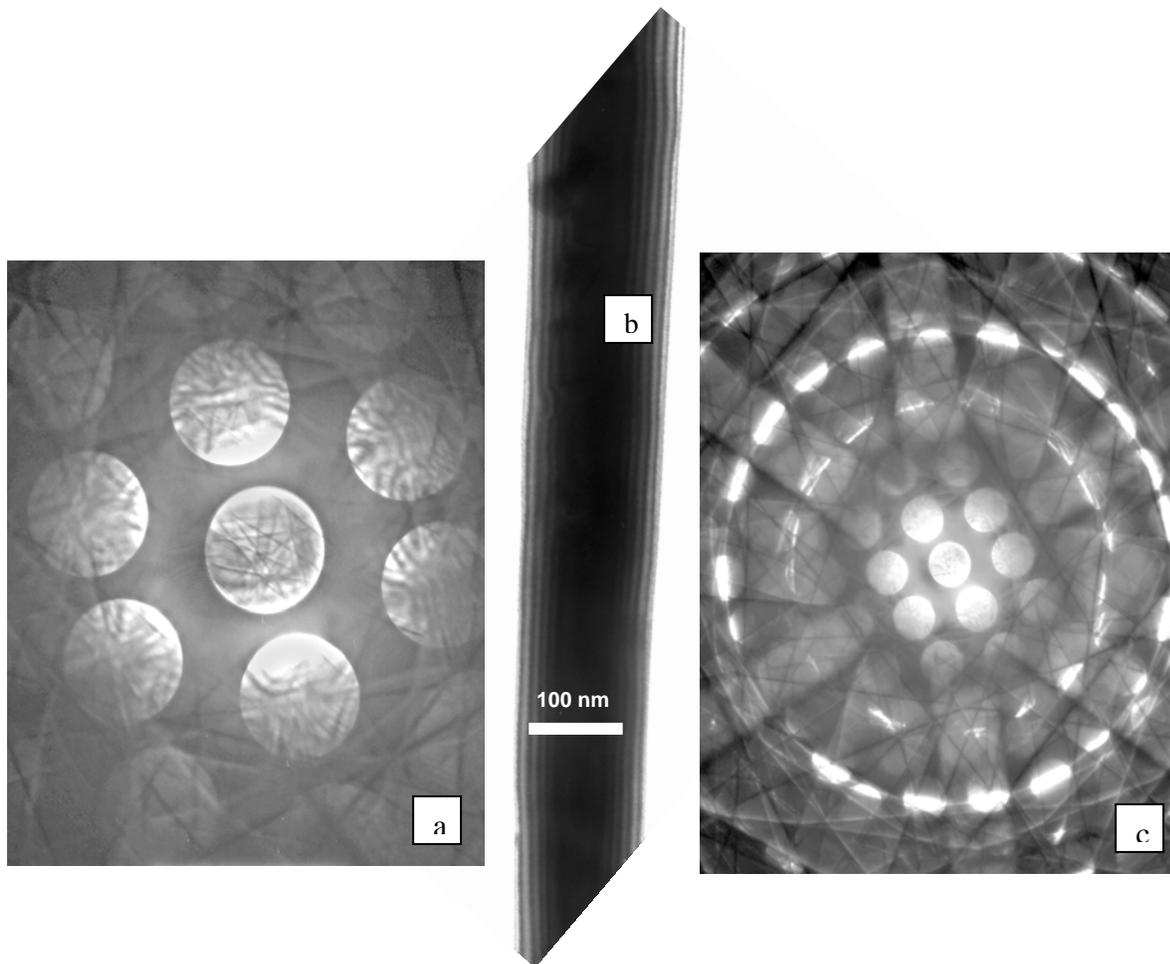


Fig. 56 Imagen por TEM de nanovarillas de SnO₂. a) Imagen CBED CC, b) imagen CO, c) imagen SAED.

En la Fig. 56 se observan los patrones de difracción con haz convergente de una nanovarilla. Se Muestran las zonas de HOLZ (High Order Laue Zone) y líneas de Kikuchi, respectivamente. Donde se puede apreciar la simetría de la celda unitaria de forma clara, para este eje de crecimiento.

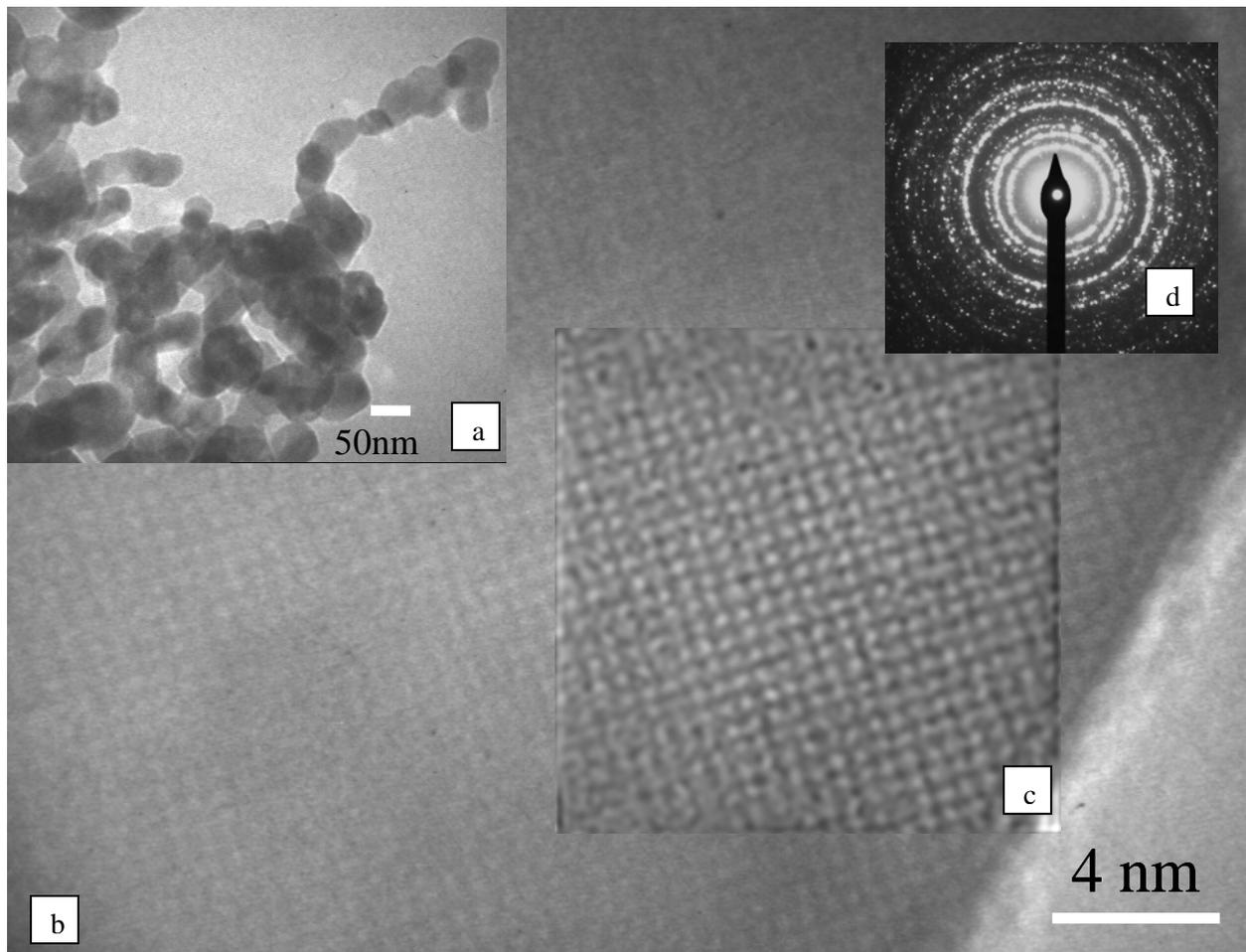


Fig. 57 Imagen por TEM. a) Imagen CC de nanopartículas de SnO_2 , b) imagen ampliada CC, c) imagen HREM CC y d) SAED.

En la Fig.57 se pueden observar las micrografías de alta resolución de una partícula perteneciente a la morfología de algodones, estas acompañan a las nanovarillas desde la zona 13 hasta la 17 del reactor. Cada una de las partículas es de aproximadamente 50 nm de diámetro, estas partículas presentan un ligero alargamiento. Cada partícula es cristalina, razón por la cual apreciamos imágenes de alta resolución. El patrón de difracción del conjunto de partículas se muestra en la misma figura y pertenece a materiales policristalinos, debido al tamaño de las partículas.