

Tomographie en microscopie électronique en transmission : formes complexes de nanoparticules Pd

Samir Benlekbir^{a,1}, Thierry Epicier^a,
Martha Bausach^b, Mimoun Aouine^b, Gilles Berhault^b

^a Laboratoire MATEIS, UMR CNRS 5510, INSA De LYON, 20 Av. Albert Einstein, 69621 Villeurbanne Cedex

^b Laboratoire IRCELYON, UMR 5256, CNRS-Université LYON 1, 2 avenue Albert Einstein, 69626 Villeurbanne Cedex

Résumé – La synthèse de nanoparticules de palladium de morphologie contrôlée conduit à des formes polyédriques complexes difficilement observables en microscopie 2D. Une approche de tomographie est utilisée ici pour reconstruire des nanoparticules d'aspect triangulaire 2D afin de déterminer leur véritable morphologie en 3D et cela avec une résolution spatiale de quelques nanomètres.

1. Introduction

Le contrôle morphologique de nanoparticules métalliques (Au, Ag, Pd, Pt) de géométrie précise (cubes, bâtonnets ou *rods*, icosaèdres, tétraèdres,...) ouvre la voie à de nouvelles applications en optique, électronique, détecteurs biologiques ou chimiques, catalyse où la forme du nano-objet détermine directement les propriétés physico-chimiques [1]. La connaissance de la forme exacte à l'échelle nanométrique des différents nano-objets formés est alors essentielle à la compréhension des mécanismes mis en jeu dans la synthèse de ces nanoparticules métalliques. Or, la microscopie 2D ne permet pas toujours de lever les ambiguïtés concernant la morphologie des particules : une approche tomographique est donc indispensable.

Nous avons réalisé cette étude par tomographie électronique en utilisant un microscope JEOL2010F [2] équipé d'un accessoire STEM et d'un détecteur en Champ Sombre Annulaire à Grand Angle (*HAADF* : *High Angle Annular Dark Field*), en mettant en œuvre des solutions 'maison' : porte-objet à large capacité d'inclinaison (+/- 85°), et logiciel de pilotage semi-automatique (script DigitalMicrograph, © Gatan), telles qu'explicitées dans une autre contribution à ce colloque (S. Benlekbir, T. Epicier et H. Idrissi). Les tomogrammes sont reconstruits à l'aide du logiciel TOMOJ développé à l'université Paris VI - Jussieu [3].

2. Images acquises et reconstruction

La figure 1 montre une vue à faible grandissement de nombreuses particules de palladium supportées sur un film de carbone et imagées en *HAADF*.

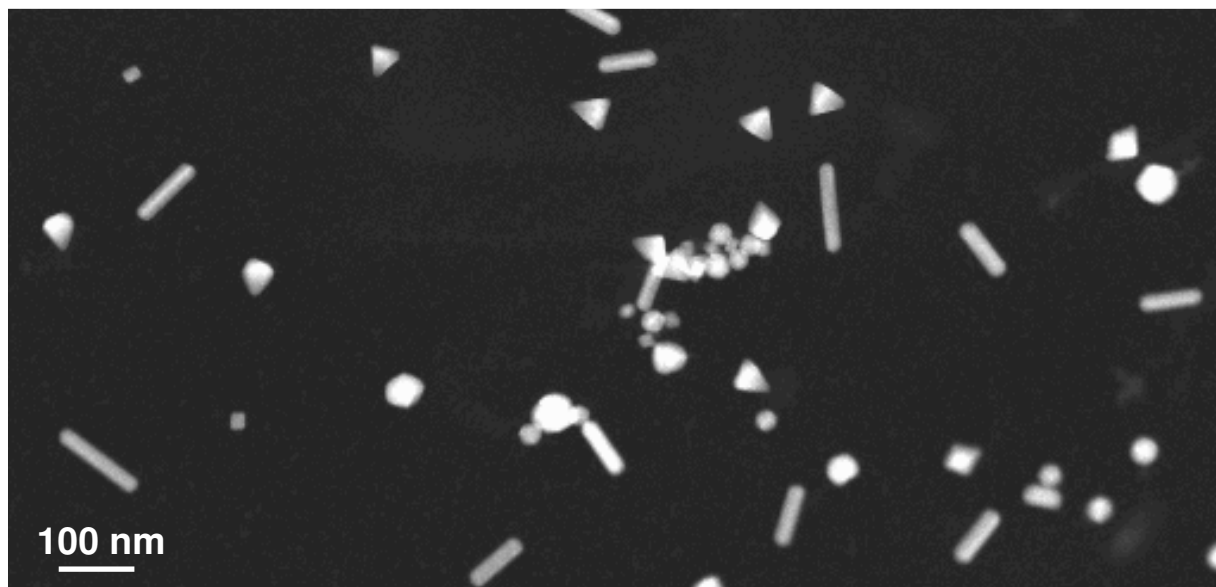


Figure 2 : illustration d'une série 'tiltée' de projections de nano particules de Palladium acquise en mode STEM-HAADF.

¹ Auteur à contacter : samir.benlekbir@insa-lyon.fr – Tel : 04 72 43 70 33

Dans l'exemple ci-dessous (figure 2), l'approche tomographique a été appliquée à des nanoparticules de Pd qui présentent facilement un aspect triangulaire en projection 2D (voir notamment la micrographie de la fig. 1c)). En se basant sur des résultats de microscopie 2D, la morphologie tridimensionnelle de telles particules avait été précédemment attribuée, de façon incertaine, soit à des particules tétraédriques soit à des particules bipyramidales [4]. Grâce à la tomographie, nous montrons sans ambiguïté qu'il s'agit de bipyramides (cf. figure 3).

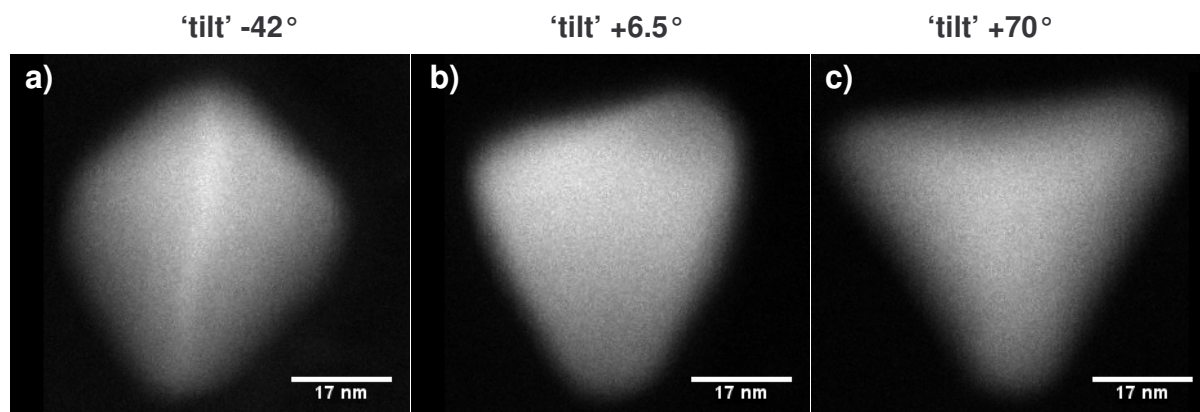


Figure 2 : illustration d'une série 'tiltée' de projections de nano particules de Palladium acquise en mode STEM-HAADF.

D'autres particules ont également été étudiées en 3D, notamment les 'bâtonnets' ou rods présents en grand nombre (voir vue générale de la figure 1). La tomographie montre clairement que ces particules ont une section pentagonale.

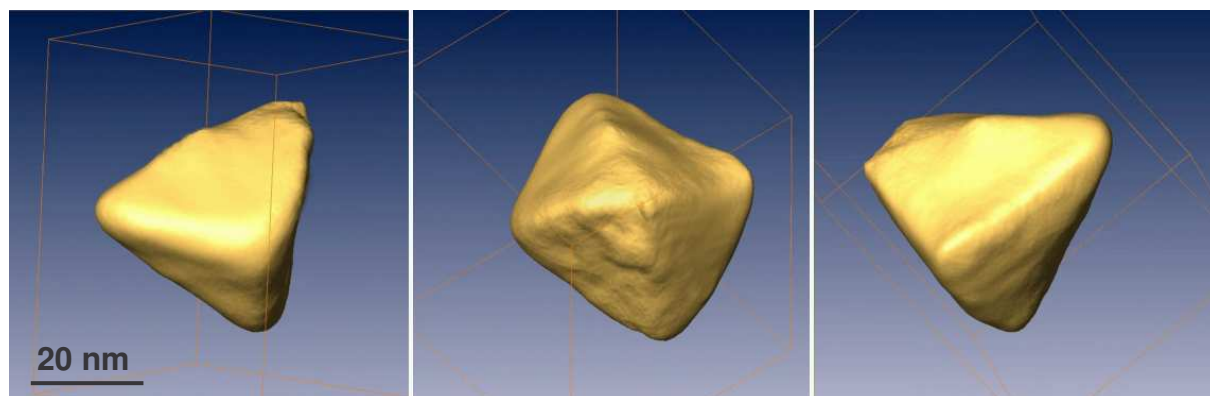


Figure 3 : Visualisation du volume reconstruit d'une particule bipyramidale (rendu de surface sous 3 angles à intervalle d'environ 110°)

3. Conclusion

Des nanoparticules de Palladium de quelques dizaines de nanomètres ont été visualisées en 3D par tomographie électronique en transmission en mode STEM-HAADF. Cette technique a permis d'identifier, de manière formelle, des géométries originales de type 'bipyramide', mais également 'prismatiques à section pentagonale'.

4. Références

- [1] G. Berhault, M. Bausach, L. Bisson, L. Becerra, C. Thomazeau, D. Uzio, *Journal of Physical Chemistry C* **111** (2007) 5915.
- [2] Le CLYME (Consortium Lyonnais de Microscopie Electronique) est remercié pour l'accès au microscope 2010F.
- [3] www.snv.jussieu.fr/~wboudier/softs.html
- [4] B.J. Wiley, Y. Xiong, Z-Y. Li, Y. Yin, Y. Xia, *Nano Letters* **6** (2006) 765.