



**Tecnológico
de Monterrey**

Propuesta de Análisis del Material Compuesto

Caracterización de materiales y nanomateriales

Grupo 401

Personas:

Ari Emilio Núñez Menéndez A01752718

Diego González Zavala A01785986

Fecha de entrega:

Sábado 3 de mayo del 2024

Índice:

1. Descripción del material
 - 2.1 Forma de las partículas, tamaño de partícula y distribución de tamaños.
 - 2.2 Estructura cristalina de las nanopartículas.
2. Identificación de los Componentes del Compósito
 - 2.1 Identificación de elementos que forman parte de los compuestos inorgánicos en las nanopartículas.
 - 2.2 Identificación del compuesto inorgánico de las nanopartículas (o compuestos, si fuera una estructura núcleo-cáscara).
 - 2.3 Identificación del recubrimiento orgánico sobre las nanopartículas.
 - 2.4 Identificación de los componentes orgánicos de la matriz (polímero(s) y aditivos).
3. Estabilidad Térmica del Compósito
4. Propiedades Fotoluminiscentes
5. Cuantificación de los Componentes
 - 5.1 Cuantificación de los elementos de las nanopartículas.
 - 5.2 Porcentajes en masa de cada componente (nanopartículas, matriz polimérica, aditivos orgánicos).
6. Referencias

1. Análisis Morfológico del Refuerzo

A lo largo de la estructura de un nanocompósito, el refuerzo corresponde a las nanopartículas (NP) que se encuentren dispersas dentro de la matriz polimérica. En esencia, estas partículas poseen dimensiones que están definidas y cumplen con características específicas, como estructuras cristalinas que cuentan con propiedades mecánicas, térmicas y ópticas dentro del material. Debido a eso, el primer paso que nuestra desformulación debe de tener se basa en un análisis morfológico que sea completo respecto al refuerzo.

1.1 Forma de las partículas, tamaño de partícula y distribución de tamaños

Para poder determinar la forma, tamaño promedio y la distribución de tamaños de las diferentes nanopartículas, es esencial que para poder evaluar su papel se puedan tener una serie de parámetros que sean evaluables para conocer la interacción con la matriz y demás propiedades del material.

Es por ello, que dentro de la lista de técnicas que se podrían evaluar esta la *Microscopía Electrónica de Barrido* (SEM), la cual es ideal para poder observar la morfología superficial de diferentes nanopartículas con diferentes resoluciones nanométricas, sobre todo cuando las NP se exponen o se separan de la matriz. De esa forma, se puede tener una evaluación completa de la forma; si es esférica, irregular, acicular, etc., y poder estimar el tamaño y distribución. Incluso a través de diferentes modalidades, como la de presión variable (VP-SEM) es que se puede analizar directamente el material sin la necesidad de contar con recubrimientos metálicos, siendo es útil si lo que se busca es preservar la superficie original del nanocompósito [1].

Por otro lado, la *Microscopía Electrónica de Transmisión* (TEM) sería empleada para poder observar con una alta resolución, de un tamaño subnanométrica, la forma y tamaño individual de las nanopartículas que se encuentren dispersadas en la matriz. Es por ello que sería útil evaluar si es que se requiere confirmar que las partículas estén dentro del rango nanométrico y si es que se desea evaluar la presencia de ciertos agregados o diferentes agrupaciones. En caso de que las nanopartículas empleadas sean demasiado pequeñas, el TEM sería la herramienta de elección [2].

Otra técnica que puede ser complementaria es la de *Microscopía de Fuerza Atómica* (AFM), ya que esta logra proporcionar un perfil topográfico que sea capaz de ser tridimensional y que puede medir la altura de las NP sobre la superficie del polímero. De mismo modo, puede ser empleada para estimar la rugosidad inducida por las NP y su tamaño vertical [3].

Cada una de las 3 diferentes técnicas logra aportar información complementaria. Tanto el SEM como TEM, ambas técnicas de microscopía, ofrecen una caracterización que es tanto precisa respecto a la forma y tamaño lateral, mientras que AFM es útil para validar dimensiones verticales y detectar estructuras superficiales. El poder lograr combinar estas técnicas garantiza una caracterización que cumple con poder brindar información detallada y que cumple con información morfológica del refuerzo.

1.2 Estructura cristalina de las nanopartículas

La estructura cristalina de las NPs esta directamente relacionada a propiedades mecánicas, ópticas y térmicas; de tal forma, estas cuentan con mejores propiedades. En comparación a las NPs amorfas, estas tienen una mejor dispersión y estabilidad térmica, además de que tienen la capacidad de ofrecer una serie de propiedades ópticas, tal como los Quantum Dots o las NPs metálicas plasmónicas.

Alguna de las técnicas que se podrían emplear para esta determinación es la *Microscopía Electrónica de Transmisión* (TEM) con difracción de electrones, ya que se puede incorporar un análisis de difracción de electrones que permitiría detectar si es amorfa, policristalina o monocristalina. Es importante mencionar que además se pueden producir patrones de difracción que pueden determinar los planos cristalográficos de Miller y diferentes simetrías que son características.

La *difracción de electrones de área seleccionada* (SAED) es una técnica que es complementaria al TEM que permite analizar la estructura cristalina de una sola NP o grupo, facilitando la identificación de fases presentes y su orientación cristalina [2]. Por otro lado, se puede complementar con la *Microscopía de Alta Resolución* (HR-TEM) que sirve para visualizar los planos atómicos de una NP y confirmar el espaciamiento entre los diferentes planos [2].

En comparación a las diferentes técnicas como XRD, que básicamente requieren de grandes volúmenes de muestra, empleando estas modalidades del TEM se puede analizar partículas individuales dispersadas en una matriz, siendo clave en el proceso de desformulación. Por lo que se puede ser empleado de una forma instrumental más directa, localizado y preciso en la estructura del refuerzo.

2. Identificación de los Componentes del Compósito

Una vez se haya logrado determinar el aspecto morfológico de las nanopartículas (NPs) que conforman al refuerzo, es necesario poder lograr identificar de forma detallada y precisa cuáles son los diferentes componentes químicos del nanocompósito que se analiza. Sería necesario poder comprender de forma detallada tanto los elementos presentes como las estructuras moleculares y sus compuestos formados, por lo que eso incluye las estructuras moleculares y sus compuestos formados, así como la matriz polimérica, sus aditivos y las NPs inorgánicas y sus recubrimientos orgánicos.

2.1 Identificación de elementos que forman parte de los compuestos inorgánicos en las nanopartículas

Para llevar a cabo esta identificación, sería necesario realizar una técnica de EDS que esté acoplado a un SEM/TEM, ya que de esa forma tendríamos la capacidad de poder cuantificar los elementos presentes en las NPs mediante un análisis del espectro de rayos X que sea emitido por el impacto del haz electrónico [1], característica que corresponde tanto a las técnicas de microscopía recientemente mencionadas.

Por otro lado, realizar una *Espectroscopía de Absorción Atómica* (AAS) que nos pueda ayudar para la parte de cuantificación de diferentes elementos metálicos que estén disueltos previamente, considerando que se requiere una digestión ácida de la muestra [4]. También se puede considerar emplear una prueba de *ICP-AES* que genere un análisis multielemental con una buena sensibilidad y que sea aplicable a una amplia gama de elementos [5].

De esa forma, se tiene un análisis en donde el EDS permite tener un análisis rápido e in situ de diferentes partículas que sean observadas en SEM/TEM, mientras que por el otro lado se tiene una prueba como el AAS o ICP-AES que validan y cuantifican la presencia de dichos elementos en solución

2.2 Identificación del compuesto inorgánico de las nanopartículas

Para el desarrollo de la identificación del compuesto inorgánico de diferentes compuestos inorgánicos de las NPs, se puede emplear SAED en TEM, teniendo diferentes patrones de difracción con una base de datos cristalográficos para poder identificar compuestos específicos [2]. Mientras que otra técnica como la Espectroscopía de Pérdida de Energía de Electrones (EELS) ofrece información sobre la estructura química, elementos y el estado de oxidación de las NPs [6].

2.3 Identificación del recubrimiento orgánico sobre las nanopartículas

El poder identificar el recubrimiento orgánico nos hace orientarnos a ciertas técnicas que funcionalizan sobre compuestos activos en carbono, tales como el *FTIR* que es esencial para la detección de grupos funcionales como $-OH$, $C=O$, $-NH_2$, que están ligados a diferentes surfactantes orgánicos [7]. De forma complementaria, *Raman* es ideal para la detección de enlaces π , con estructuras aromáticas y compuestos orgánicos con simetría elevada [8]. Por otro lado, el *AFM* se emplearía para medir el espesor del recubrimiento en la superficie de las NP [3].

2.4 Identificación de los componentes orgánicos de la matriz (polímero(s) y aditivos)

En la última parte de identificación de compuestos orgánicos de la matriz, tales como polímeros y aditivos, se emplearían técnicas como FTIR y Raman, donde se emplearían con el propósito de identificación de grupos funcionales y estructuras base de polímeros comerciales [7][8]. Por otro lado, una técnica como el *NMR* proporciona información detallada de la estructura molecular, ramificaciones y copolímeros [9]. Técnicas como *UV-Vis* de mismo modo serviría para detectar colorantes, antioxidantes y otros aditivos con cromóforos o luminóforos

[10][11]. Por último, *Técnicas térmicas (DSC, TGA)* podrían permitir inferir la proporción relativa de componentes orgánicos por análisis de transiciones térmicas y pérdidas de masa [12].

3. Estabilidad Térmica del Compósito

Para evaluar la estabilidad térmica del compósito se emplean dos técnicas principales: el Análisis Termogravimétrico (TGA) y la Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC). Estas técnicas permiten estudiar las temperaturas a las que cada componente del nanocompósito se degrada térmicamente y permite diferenciar entre polímero, aditivos y nanopartículas por sus perfiles térmicos característicos.

El TGA registra la pérdida de masa conforme se incrementa la temperatura. Esto permite asociar rangos de degradación térmica a componentes específicos: por ejemplo, una pérdida cercana a los 100–200 °C puede deberse a plastificantes o absorbentes UV, mientras que entre 300–450 °C usualmente se encuentra la degradación principal de la matriz polimérica. El residuo final puede representar el contenido inorgánico del sistema. Se ha reportado que el uso de nanopartículas, como ZnO o TiO₂, puede incrementar la temperatura de degradación de matrices poliméricas debido a la barrera física que ofrecen a la difusión térmica [13].

Por otro lado, el DSC permite observar transiciones térmicas como la transición vítrea (T_g), fusiones (T_m) o picos exotérmicos de descomposición. En sistemas compuestos, un desplazamiento en T_g puede indicar una interacción matriz–nanopartícula o la presencia de plastificantes que alteran la movilidad del sistema [14].

4. Propiedades Fotoluminiscentes

Las propiedades fotoluminiscentes del compósito pueden analizarse mediante espectroscopía UV-Visible (UV-Vis) y fotoluminiscencia (fluorescencia y fosforescencia). Estas técnicas permiten detectar la presencia de componentes emisivos como puntos cuánticos, colorantes orgánicos, o dopantes metálicos en la matriz. Estas técnicas no destructivas permiten evaluar el estado de dispersión y la integridad óptica de los componentes emisivos en el compósito[15][16].

La espectroscopía UV-Vis identifica transiciones electrónicas, como bandas de absorción características de nanopartículas semiconductoras o moléculas cromóforas. La presencia de picos específicos o corrimientos de absorción pueden indicar interacciones entre los componentes del sistema. Por otro lado, la fotoluminiscencia permite excitar el material con luz y registrar su emisión, identificando componentes activos lumínicos y cuantificando su eficiencia de emisión.

5. Cuantificación de los Componentes

5.1 Cuantificación de los elementos de las nanopartículas

Para cuantificar los elementos presentes en las nanopartículas inorgánicas del compuesto, propone el uso de técnicas de espectroscopía atómica: absorción atómica (AAS) e emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-AES). Esto permitiría identificar y cuantificar metales o elementos traza tras la digestión de la muestra. Esto nos permitirá determinar la carga inorgánica total [17][18].

5.2 Porcentajes en masa de cada componente (nanopartículas, matriz polimérica, aditivos orgánicos)

El uso de TGA como herramienta cuantitativa permite estimar la fracción en masa de cada componente del nanocompuesto. La pérdida de masa se asocia a la volatilización o degradación de aditivos y matriz, mientras que el residuo representa el contenido inorgánico.

Realizando un análisis bajo atmósfera inerte y posteriormente oxidante, se puede distinguir entre pérdida de matriz polimérica, combustión de carbonizados residuales y contenido inorgánico. Por ejemplo, en compósitos epóxicos con relleno vítreo, se ha logrado determinar fracciones de hasta 31.8% de carga inorgánica mediante este método [19].

La interpretación de estos datos requiere establecer puntos de inflexión en la curva de TGA, y puede complementarse con otras técnicas para validar la identidad de cada fracción térmica. Esta información es fundamental para replicar con precisión la formulación original del material.

Apartado Individual

Referencias

- [1] F. Rodríguez-Macías, *Electron Microscopy 2: eSEM + FIB + EDS*, Tecnológico de Monterrey, 2024.
- [2] F. Rodríguez-Macías, *Electron Microscopy 3a: TEM*, Tecnológico de Monterrey, 2024.
- [3] F. Rodríguez-Macías, *Probe Microscopy 2: AFM*, Tecnológico de Monterrey, 2024.
- [4] F. Rodríguez-Macías, *Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)*, Tecnológico de Monterrey, 2024.
- [5] F. Rodríguez-Macías, *Atomic Emission Spectroscopy: ICP-AES*, Tecnológico de Monterrey, 2024.
- [6] F. Rodríguez-Macías, *Electron Microscopy 3b: EELS + cryo-EM*, Tecnológico de Monterrey, 2024.
- [7] F. Rodríguez-Macías, *Infrared Spectroscopy – FTIR*, Tecnológico de Monterrey, 2024.
- [8] F. Rodríguez-Macías, *Raman Spectroscopy*, Tecnológico de Monterrey, 2024.
- [9] F. Rodríguez-Macías, *NMR: Basics and Instrumentation*, Tecnológico de Monterrey, 2025.
- [10] F. Rodríguez-Macías, *UV-Vis Instrumentation and Applications*, Tecnológico de Monterrey, 2025.
- [11] F. Rodríguez-Macías, *Photoluminescence: Fluorescence and Phosphorescence*, Tecnológico de Monterrey, 2024.
- [12] F. Rodríguez-Macías, *Reporte Final – Instrucciones y Rúbrica*, Tecnológico de Monterrey, 2025.
- [13] C. E. Corcione and M. Frigione, "Characterization of nanocomposites by thermal analysis," *Materials (Basel)*, vol. 5, no. 12, pp. 2960–2980, 2012.
- [14] N. M. Nurazzi et al., "Thermogravimetric analysis properties of cellulosic natural fiber polymer composites: a review on influence of chemical treatments," *Polymers*, vol. 13, no. 16, 2021.
- [15] M. Sharma and S. K. Tripathi, "Photoluminescence study of CdSe nanorods embedded in a PVA matrix," *Journal of Luminescence*, vol. 135, pp. 327–334, 2013.

- [16] X. Yao et al., "Room-Temperature Phosphorescence Enabled through Nacre-Mimetic Nanocomposite Design," *Advanced Materials*, vol. 33, no. 5, 2021.
- [17] A. Pozdnyakov et al., "Strong antimicrobial activity of highly stable nanocomposite containing AgNPs based on water-soluble triazole-sulfonate copolymer," *Pharmaceutics*, vol. 14, no. 1, p. 206, 2022.
- [18] P. K. Pillai et al., "Structural and luminescent properties of ZnCdS quantum dots and their nanocomposites," *Applied Surface Science*, vol. 257, no. 15, pp. 6364–6370, 2011.
- [19] N. M. Nurazzi et al., "Thermogravimetric analysis properties of cellulosic natural fiber polymer composites: a review on influence of chemical treatments," *Polymers*, vol. 13, no. 16, 2021.