



UNIVERSIDAD POLITÉCNICA SALESIANA

SEDE GUAYAQUIL

CARRERA DE ELECTRÓNICA Y AUTOMATIZACIÓN

‘Caracterización nanopartículas por método de microscopia electrónica de barrido y espectroscopia de energía dispersiva de rayos X’

TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO
ELECTRÓNICO

AUTOR:

- MARLON ENRIQUE LOPEZ TROYA
- TUTOR: ING.BREMEN VELIZ NOBOA, PHD

GUAYAQUIL – ECUADOR

2022

**CERTIFICADO DE CESIÓN DE DERECHOS DE AUTOR DEL
TRABAJO DE TITULACIÓN A LA UNIVERSIDAD POLITÉCNICA
SALESIANA**

Yo, Marlon Enrique Lopez Troya con documento de identificación N° 0930295761; manifiesto que: Soy el autor y responsable del presente trabajo; y, autorizo a que sin fines de lucro la Universidad Politécnica Salesiana pueda usar, difundir, reproducir o publicar de manera total o parcial el presente trabajo de titulación.

Guayaquil, 14 de febrero de 2022

Atentamente,



Marlon Enrique Lopez Troya

C.I. 0930295761

**CERTIFICADO DE CESIÓN DE DERECHOS DE AUTOR DEL
TRABAJO DE TITULACIÓN A LA UNIVERSIDAD POLITÉCNICA
SALESIANA**

Yo, Marlon Enrique Lopez Troya con documento de identificación No. 0930295761 expresamos nuestra voluntad y por medio del presente documento cedemos a la Universidad Politécnica Salesiana la titularidad sobre los derechos patrimoniales en virtud de que somos autores del Artículo Académico: Caracterización de nanopartículas por método de microscopía electrónica de barrido y espectroscopía de energía dispersiva de rayos X, el cual ha sido desarrollado para optar por el título de: Ingeniero Electrónico, en la Universidad Politécnica Salesiana, quedando la Universidad facultada para ejercer plenamente los derechos cedidos anteriormente.

En concordancia con lo manifestado, suscribimos este documento en el momento que hacemos la entrega del trabajo final en formato digital a la Biblioteca de la Universidad Politécnica Salesiana.

Guayaquil, 14 de febrero de 2022

Atentamente,



Marlon Enrique Lopez Troya

C.I. 0930295761

**CERTIFICADO DE DIRECCIÓN DEL TRABAJO DE
TITULACIÓN**

Yo, Bremnen Véliz Noboa con documento de identificación N° , docente de la Universidad Politécnica Salesiana, declaro que bajo mi tutoría fue desarrollado el trabajo de titulación: Caracterización de nanopartículas por método de microscopia electrónica de barrido y espectroscopia de energía dispersiva de rayos X, realizado por Marlon Enrique Lopez Troya con documento de identificación N° 0930295761, obteniendo como resultado final el trabajo de titulación bajo la opción que cumple con todos los requisitos determinados por la Universidad Politécnica Salesiana.

Guayaquil, 14 de febrero del 2022

Atentamente,

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Bremnen Véliz Noboa', is written over a horizontal line.

Ing. Bremnen Marino Véliz Noboa
C.I. 0703865139

DEDICATORIA

Dedico este Artículo Académico a mis padres, Marlo Lopez y Ana Troya, por apoyarme todo este tiempo en mi vida universitaria y profesional; y con mucho cariño, trabajo y esfuerzo lograron convertirme en el ser humano que soy hoy en día.

A mi novia, quien me apoyó y me alentó a seguir adelante, para no rendirme y lograr ser un gran profesional.

Marlon Enrique Lopez Troya

AGRADECIMIENTO

Ante todo, le agradezco a Dios, por darme salud e inteligencia para poder cumplir con mis metas propuestas y por haberme acompañado y guiado a lo largo de mi vida Universitaria y Profesional, para seguir adelante y no rendirme jamás.

Agradezco a mis padres, por darme apoyo en todo momento y haberme dado la oportunidad de tener una excelente educación, que me ayudó a sobresalir y cumplir con todas mis metas.

Agradezco a los profesores de la Universidad Politécnica Salesiana, en especial a mi tutor el Ing. Bremnen Véliz Noboa, que con su ayuda y su correcto asesoramiento pudimos lograr la finalización de este Artículo Académico con satisfacción. Finalmente, agradecimientos al grupo de investigación NANOTECH que bajo el proyecto de investigación MICNA se realizó este trabajo de titulación.

Marlon Enrique Lopez Troya

RESUMEN

Este artículo académico tiene como finalidad la caracterización de nanopartículas por método de microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (EDX). El fin es avanzar en investigación científica en el campo de estudio de nanopartículas para la Universidad Politécnica Salesiana sede Guayaquil, dar un paso a la meta del desarrollo de nanomateriales. En ese sentido, se pretende la caracterización de nanopartículas por método de SEM Y EDX de las nanopartículas: PS-KM317, SiO₂-SC94, SiO₂-NH₂-AR1003.

Por medio del SEM, podemos observar las imágenes que nos permitirán determinar la morfología, dispersión y las dimensiones de cada nanopartícula. EDX, como objetivo tiene la detección de la radiación X, el cual es emitido por el material excitado por el haz de electrones enfocado en una determinada área, nos permitirá el análisis y caracterización química/elemental de materiales. Estos análisis detallaran las características y propiedades de cada nanopartícula, deslumbrando sus futuros usos en el desarrollo de nuevos nanomateriales.

Los resultados del análisis SEM nos dieron imágenes muy claras y formas esféricas bien definidas de las nanopartículas de la muestra de Silica: AR1003 - SC94. Imágenes esféricas, aunque un tanto difusas de las nanopartículas de poliestireno se obtuvieron. En todas las muestras se pudo apreciar la característica monodispersivas, el diámetro de las nanopartículas de Silica muestra AR1003 fue de 234nm, la muestra SC94 nanopartículas de Silicia fue de 245nm, y las muestra KM317 de nanopartículas de poliestireno fue de 239nm

Respecto al análisis EDX, las nanopartículas de Silica mostraron tener una concentración principal de Oxígeno y una concentración secundaria de Silicio, entre estos dos elementos una relación de 6 a 1 en la concentración atómica, y 4 a 1 en la concentración de peso (umol/g) para la muestra AR1003. En la muestra SC94, una relación entre el Oxígeno y Silicio, de 1,42 a 1 en concentración atómica y concentración de peso (umol/g) 2 a 1. En cambio, la muestra KM317 de poliestireno, tuvo una relación de Carbono y Oxígeno, del 17 a 1 en concentración atómica y concentración de peso (umol/g) 1 a 14.

PALABRAS CLAVE: SEM, EDX, Nanoparticulas, Nanomateriales, Morfología, ImageJ.

ABSTRACT

The purpose of this academic article was the characterization of nanoparticles by scanning electron microscopy and X-ray energy dispersive spectroscopy. The aim is to advance in scientific research in the field of study of nanoparticles for the Salesian Polytechnic University headquarters Guayaquil, to take a step towards the goal of the development of nanomaterials. In this sense, the characterization of nanoparticles by SEM and EDX method of the nanoparticles PS-KM317, SiO₂-SC94, SiO₂-NH₂-AR1003 is intended.

Through the SEM, we will be able to observe the images that will allow us to determine the morphology and dimensions of each nanoparticle. EDX, as a goal has the detection of X radiation, which is emitted by the material excited by the electron beam focused on a certain area, will allow us the analysis and chemical / elementary characterization of materials.

The results of the SEM images gave us very clear and defined images of the nanoparticles of the Silica sample: AR1003 - SC94, and somewhat diffuse in those of polystyrene this is because only a visualization was made without adding gold particles this technique is called "sputtering" is performed to obtain the best image conditions. In both you can see the characteristic of monodispersity since the nanoparticles at first glance all seem to have the same shape.

Silica nanoparticles were shown to have a higher concentration of oxygen as opposed to silicon, a ratio of 6 to 1 in atomic concentration, and 4 to 1 in weight concentration (umol/g) in sample AR1003; and in the SC94 sample, a ratio between Oxygen and Silicon, from 1.42 to 1 in atomic concentration and weight concentration (umol/g) 2 to 1; on the other hand, polystyrene shows KM317, has a ratio of Carbon and Oxygen, from 17 to 1 in atomic concentration and weight concentration (umol/g) 1 to 14.

KEYWORDS: SEM, EDX, Nanoparticles, Nanomaterials, Morphology, ImageJ.

INDICE DE CONTENIDO

CERTIFICADO DE CESIÓN DE DERECHOS DE AUTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN A LA UNIVERSIDAD POLITÉCNICA SALESIANA.....	1
CERTIFICADO DE CESIÓN DE DERECHOS DE AUTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN A LA UNIVERSIDAD POLITÉCNICA SALESIANA.....	2
CERTIFICADO DE DIRECCIÓN DEL TRABAJO DE TITULACIÓN.....	3
DEDICATORIA.....	4
AGRADECIMIENTO.....	5
RESUMEN	6
ABSTRACT	7
INDICE DE CONTENIDO.....	8
INTRODUCCIÓN	10
METODOLOGÍA	12
ANÁLISIS SEM.....	16
RESULTADOS.....	18
ANÁLISIS SEM.....	18
SiO ₂ -NH ₂ / AR1003	18
SiO ₂ – RSC94.....	19
PS – R - 0.25 / KM317.....	20
Análisis EDX.....	21
SiO ₂ -SC94	22
IMAGE J.....	23
Conclusiones	25

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. A. Recipiente donde se depositará la muestra de las nanopartículas y etanol para su disolución, B. extracción por medio de micropipeta de la muestra.....	16
Figura 2. Muestras siendo sometidas a ultrasonido.....	16
Figura 3. A. Extracción de Muestra de recipiente, B. Deposición en portaobjetos "pin", C. Posicionar portaobjetos en la capsula del SEM, D. Ubicar la capsula dentro del SEM.	17
Figura 4. Pin portaobjetos siendo precalentado para la deposición de la muestra.....	17
Figura 5. Muestra AR1003 vista a través del SEM: A. Aumento de 20x, escala 3 milímetros, B. Luego escala 800nm y aumento de 105000x.	18
Figura 6. Muestra AR1003 vista a través del SEM: A. Aumento 5800x, 10keV, a 10 micrómetros; B.	

37000x, 10keV, 2 micrómetros.....	18
Figura 7. Muestra SC94 vista a través del SEM: A. un aumento de 5800x, escala 10 micrómetros; B. luego a escala 800nm y aumento de 105000x.	19
Figura 8. Muestra SC94 vista a través del SEM: A. un aumento de 3700x, escala 2 micrómetros; B. luego a escala 3mm y aumento de 20x.	19
Figura 9. Muestra KM317 vista a través del SEM a un aumento de 2300x, escala 3 micrómetros, luego a escala 800nm y aumento de 105000x	20
Figura 10. Medición de nanopartículas 215nm ambas a diferentes aumentos y escalas, A. 3 micrómetros y 27000x de aumento; B. 800 nanómetros y a 105000x aumentos	20

Indice de Tablas

Tabla 1. Información en el sitio del fabricante y comerciante.....	12
Tabla 2. Información del distribuidor KM317.	13
Tabla 3. Información del distribuidor SC94.	14
Tabla 4. Información del distribuidor AR1003.....	15
Tabla 5. Resultados de EDX de la muestra AR1003, en los que se detalla la concentración de Átomos y el Peso Atómico en la muestra.....	21
Tabla 6. Resultados de EDX de la muestra SC94, en los que se detalla la concentración de Átomos y el Peso Atómico en la muestra.....	22
Tabla 7. Resultados de EDX de la muestra KM317, en los que se detalla la concentración de Átomos y el Peso Atómico en la muestra.....	22

INTRODUCCIÓN

Las nanopartículas (NPs) son estructuras con dimensiones similares en tamaño a muchas moléculas biológicas, tienen diferentes propiedades estructurales y biológicas, modificables según las soluciones, polímeros y los aditivos utilizados para su fabricación. Las nanopartículas representan un área activa en investigación y un sector tecno-económico con plena expansión a muchos dominios de su aplicación. Nanopartículas y nanomateriales han ganado prominencia en los avances tecnológicos debido a sus características fisicoquímicas sintonizables, tales como punto de fusión, humectabilidad, conductividad eléctrica y térmica, actividad catalítica y absorción de luz.

La mayoría de las nanopartículas y materiales nanoestructurados puede ser organizada en 4 categorías basado en sus materiales:

- i. Nanomateriales basados en Carbono: Estos nanomateriales poseen carbono, se encuentran en morfologías similares a tubos huecos, elipsoides y esferas. Nanotubos de carbono, nano fibras de carbono, carbón negro, grafeno, cebollas de carbono están incluidas dentro de las nanopartículas basadas en carbono. La ablación laser, descarga de arco y deposición química de vapor son los principales métodos de producción para la fabricación de estos nanomateriales basados en carbono (excepto el carbón negro)
- ii. Nanomateriales basados en Materia Inorgánica: Nanopartículas de metal, de óxido de metal y materiales nanoestructurados. Estos nanomateriales pueden ser sintetizados en nanopartículas metálicas como la Plata (Ag) o el Oro(Au), oxido de metales como nanopartículas de Dióxido de Titanio(TiO₂) y Oxido de Zinc (ZnO) y semiconductores como el silicio y cerámica.
- iii. Nanomateriales basados en Materia Orgánica: Esto incluye nanomateriales que mayormente este formado por materia orgánica, excluyendo a los basados en carbono y en materia inorgánica. La utilización de las interacciones débiles no covalentes para el autoensamblaje y el diseño de moléculas ayuda a transformar los nanomateriales orgánicos en estructuras deseadas como dendrímeros, micelas liposomas y nanopartículas de polímeros.
- iv. Nanomateriales basados en Compuestos: Los nanomateriales compuestos son nanopartículas multifase y materiales nanoestructurados de una fase en dimensión a nanoescala que pueden combinar nanopartículas con otras nanopartículas o nanopartículas con materiales mas grandes o combinados con materiales granulados ejemplo (híbridos nano fibras).[1]

La ciencia que implica la síntesis, caracterización y aplicación de nanopartículas es conocida como Nanotecnología.

Una de estas tecnologías de caracterización de nanopartículas es la conocida como microscopia de barrido de electrones (SEM de sus siglas en inglés) mediante la cual se puede obtener imágenes de alta resolución de superficies de nanomateriales. La caracterización SEM emplea microscopios que usan radiación de electrones donde la longitud de onda con la que trabajan depende específicamente del voltaje de aceleración y de la configuración de las lentes magnéticas. Ya sea para iluminar con haces casi paralelos (modo de transmisión) o para rastrear con un haz cónico (escaneo en modo de transmisión): en ambos casos los electrones atraviesan la muestra. Los microscopios construidos con radiación de electrones son de gran utilidad para el estudio de materiales en la actualidad. Una de las ventajas es que los electrones, debido a su carga y energía tienen una fuerte interacción con los átomos que conforman el material en estudio (muestra). Este es un mecanismo útil para conocer las características del nanomaterial. Los fenómenos que ocurren son similares al que sucede en el experimento con el que Rutherford descubrió el núcleo del átomo.[2]

Otra tecnología de caracterización es la Espectroscopia de Difracción de Rayos X (EDX de sus siglas en inglés) considerada una de las técnicas más usadas debido a su capacidad de analizar la estructura de la materia, brinda información amplia y variada, presentándonos el diagrama de espectro y permitiéndonos conocer aspectos de la estructura a nivel atómico, como electrónico de la superficial del sistema. Tiene gran aplicación en múltiples campos como: ciencia de materiales, cristalografía, metalúrgica, combustibles, ciencias ambientales, tecnología, farmacia, etc. Desde hace más de 100 años, esta técnica ha dado acceso al estudio de un gran rango de materiales. Los rayos X que son utilizados en este proceso de difracción generalmente presentan longitudes de onda desde 0.5 y 2,5 Å. Dado a que esta longitud de onda característica es del mismo orden que las distancias interatómicas en sistemas periódicos, cuando los rayos X interactúan con estructuras cristalinas se puede producir el fenómeno de difracción.

El grupo de investigación NANOTECH tiene entre sus alcances hacer estudios encaminados a la manipulación de nanopartículas buscando aplicaciones en supercapacitores y sensores de humedad. Debido a su bio-compatibilidad, nanopartículas de poliestireno son de especial interés para la producción de dispositivos biomédicos. En este el primer trabajo, el problema radica en encontrar nanopartículas de óxido de silicio y poliestireno, asequibles en el mercado y caracterizar sus dimensiones y componentes químicos. Esta caracterización se realizará en laboratorios externos a la universidad, puesto a que la universidad no cuenta con estos equipos, se contactó con la

empresa Nano Instrumentos, ubicada en Quito enfocados en la distribución de microscopios SEM en nuestro país. Además, se hará una corroboración de resultados con software JImage.

METODOLOGÍA

La caracterización de las nanopartículas de Silica (AR1003 y SC94) y Poliestireno (PS-KM317) por medio del SEM Y EDX ha sido el principal objetivo de esta investigación, se empezó a cotizar nanopartículas por medio de distribuidores internacionales ya que es una industria inexistente en el país, las nanopartículas fueron conseguidas a través la empresa alemana GmbH Particles.

Las nanopartículas elegidas se detallan a continuación:

Nombre Técnico	Diámetro(um)	Desviación Estándar(um)	NH ₂ (umol/g)	Contenidos Solidos (wt%)
SiO ₂ -R-SC94	0.245	0.007		5%
SiO ₂ -NH ₂ -AR1003	0.234	0.01	>30	5%
PS-R-KM317	0.239	0.006		5%

Tabla 1. Información en el sitio del fabricante y comerciante.

Se empezó una búsqueda sobre empresas que brinden el servicio de análisis SEM-EDX en el país, se dio con la empresa Nano Instrumentos quienes brindan asesoría y distribuyen microscopios SEM ubicada en Quito con la cual se empezó el desarrollo de la investigación.

El microscopio que se utilizó en el artículo es el Phenom Pro X de escritorio es un SEM que incluye un sistema de análisis de imágenes y de rayos X. Muestras de estructuras pueden ser examinadas física y sus composición elemental determinada. Además de incluir un software llamada Elemental Mapping and Line Scan que fue utilizado en el análisis de distribución de elementos. Permite magnificaciones de luz óptico de 20-120x y electrón óptico 80 – 100,000x, además de un zoom digital max.12x.

Nombre del Producto	Nano esferas de Poliestireno Monodispersivas, 10ml cantidad and 5% concentración. PS-R-0.25
Identificación de Riesgos	No es una sustancia riesgos o mixta de acuerdo con la regulación (EU) No.1272/2008. No es una sustancia riesgosa o mixta de acuerdo con la regulación EC-Directiva 67/548/EEC o 1999/45/EC.
Medidas contra accidentes	Precauciones personales. <ul style="list-style-type: none"> Evitar formaciones de polvo, evitar respirar vapores, niebla o gas Precauciones Ambientales: <ul style="list-style-type: none"> Evitar que el producto entre en drenajes. Métodos para descontaminar y limpiar: Barrer y recoger. Manejo y Almacenaje Precaución para manejo seguro: <ul style="list-style-type: none"> Proveer una apropiada ventilación que expulse formaciones de polvo que se encuentren en el área. Condiciones de almacenamiento seguro: <ul style="list-style-type: none"> Almacenar en un lugar fresco No congelar Mantener el contenedor cerrado de una forma apretada y su ubicación en una zona seca y bien ventilada.
Controles a exposición:	<ul style="list-style-type: none"> Apropiadas prácticas de higiene industrial general. Equipo de protección personal: <ul style="list-style-type: none"> Uso de lentes de seguridad Manejo con guantes: El guante protección elegido debe satisfacer la especificación de la directiva EU 86/686/EWG. Escoger la protección corporal adecuada en relación con el tipo de concentración y cantidad de sustancias peligrosas en la zona de trabajo específica. Protección respiratoria no es requerida.
Propiedades Físicas y Químicas	Información en base a las propiedades Físicas y Químicas. Apariencia y color: Blanca Suspensión Acuosa. Olor: Sin Olor. Punto de derretimiento: 74-105°C, Temperatura Autoignición 444°C. Punto de Flash: 210°C Densidad: 1,05(g/cm) ^ 3 (20°C). Solubilidad en Agua: Insoluble. Propiedades oxidantes: Ninguna. Estabilidad Química: Material estable bajo normal y anticipadas condiciones de almacenamiento y de manejo.

Tabla 2. Información del distribuidor sobre la partícula KM317.

Nombre del Producto	Nano esferas de Poliestireno Mono dispersivas, 245nm diametro,10ml cantidad and 5% concentración. SiO ₂ -R-SC94
Composición	5% Partículas mono-dispersivas de Dióxido de Silicio. 95% Agua desionizada.
Propiedades Físicas y Químicas	Información en base a las propiedades Físicas y Químicas. Apariencia y color: Blanca Suspensión Acuosa. Olor: Sin Olor. Punto de derretimiento:>1000°C, Densidad: 1,85(g/cm) ^ 3 (20°C). Solubilidad en Agua: Insoluble. Propiedades oxidantes: Ninguna. Estabilidad Química: Material estable bajo normal y anticipadas condiciones de almacenamiento y de manejo.
Identificación de Riesgos	No es una sustancia riesgos o mixta de acuerdo con la regulación (EU) No.1272/2008. Todas las sustancias químicas contenidas cumplen con todas las reglas aplicables bajo la orden de la Acta Controladora de Sustancias Toxicas (TSCA)
Medidas contra accidentes	Precauciones personales. <ul style="list-style-type: none"> Evitar formaciones de polvo, evitar respirar vapores, niebla o gas Precauciones Ambientales: <ul style="list-style-type: none"> Evitar que el producto entre en drenajes. Métodos para descontaminar y limpiar: Barrer y recoger. Manejo y Almacenaje Precaución para manejo seguro: <ul style="list-style-type: none"> Proveer una apropiada ventilación que expulse formaciones de polvo que se encuentren en el área. Condiciones de almacenamiento seguro: <ul style="list-style-type: none"> Almacenar en un lugar fresco No congelar Mantener el contenedor cerrado de una forma apretada y su ubicación en una zona seca y bien ventilada.
Controles a exposición:	<ul style="list-style-type: none"> Apropiadas prácticas de higiene industrial general. Equipo de protección personal: Uso de lentes de seguridad Manejo con guantes: El guante protección elegido debe satisfacer la especificación de la directiva EU 86/686/EWG. Escoger la protección corporal adecuada en relación con el tipo de concentración y cantidad de sustancias peligrosas en la zona de trabajo específica. Protección respiratoria no es requerida.

Tabla 3. Información del distribuidor sobre la partícula SC94.

Nombre del Producto	Nano esferas de Poliestireno Mono dispersivas, 234nm diametro,10ml cantidad and 5% concentración. SiO ₂ -NH ₂ -AR1003
Composición	5% Partículas mono-dispersivas de Dióxido de Silicio. 95% Agua desionizada.
Propiedades Físicas y Químicas	Información en base a las propiedades Físicas y Químicas. Apariencia y color: Blanca Suspensión Acuosa. Olor: Sin Olor. Punto de derretimiento:>1000°C, Densidad: 1,85(g/cm) ^ 3 (20°C). Solubilidad en Agua: Insoluble. Propiedades oxidantes: Ninguna. Estabilidad Química: Material estable bajo normal y anticipadas condiciones de almacenamiento y de manejo.
Identificación de Riesgos	No es una sustancia riesgos o mixta de acuerdo con la regulación (EU) No.1272/2008. Todas las sustancias químicas contenidas cumplen con todas las reglas aplicables bajo la orden de la Acta Controladora de Sustancias Tóxicas (TSCA)
Medidas contra accidentes	Precauciones personales. <ul style="list-style-type: none"> Evitar formaciones de polvo, evitar respirar vapores, niebla o gas Precauciones Ambientales: <ul style="list-style-type: none"> Evitar que el producto entre en drenajes. Métodos para descontaminar y limpiar: Barrer y recoger. Manejo y Almacenaje Precaución para manejo seguro: <ul style="list-style-type: none"> Proveer una apropiada ventilación que expulse formaciones de polvo que se encuentren en el área. Condiciones de almacenamiento seguro: <ul style="list-style-type: none"> Almacenar en un lugar fresco No congelar Mantener el contenedor cerrado de una forma apretada y su ubicación en una zona seca y bien ventilada.
Controles exposición:	a <ul style="list-style-type: none"> Apropiadas prácticas de higiene industrial general. Equipo de protección personal: Uso de lentes de seguridad Manejo con guantes: El guante protección elegido debe satisfacer la especificación de la directiva EU 86/686/EWG. Escoger la protección corporal adecuada en relación con el tipo de concentración y cantidad de sustancias peligrosas en la zona de trabajo específica. Protección respiratoria no es requerida.

Tabla 4. Información del distribuidor sobre la partícula AR1003.

ANÁLISIS SEM

Iniciamos el procedimiento con la preparación de muestras, para tres muestras necesitamos 3 recipientes donde almacenar la muestra y agregar etanol a la muestra para diluirla, nos ayudaremos de la micropipeta para recoger las nanopartículas y preparáralas para el análisis.

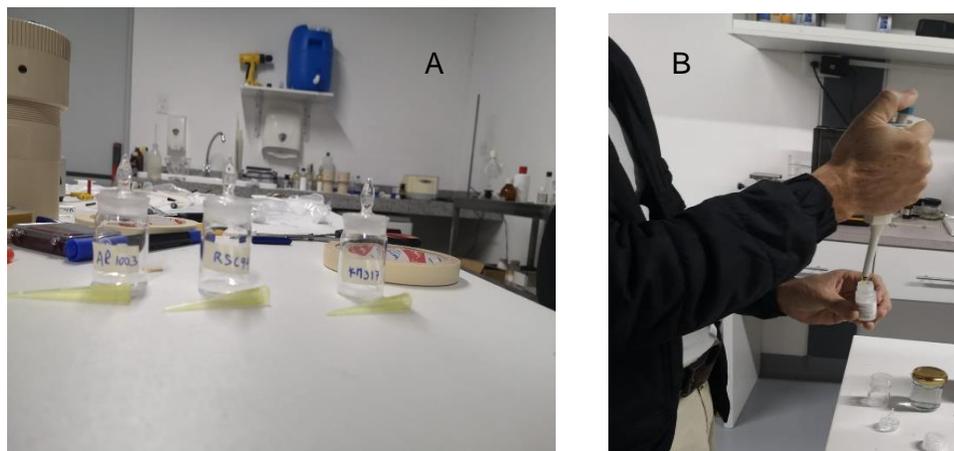


Figura 1. A. Recipiente donde se depositará la muestra de las nanopartículas y etanol para su disolución, B. extracción por medio de micropipeta de la muestra.

Luego se procedió a someter a las partículas a ultrasonido por 5 minutos para asegurar su dispersión como se muestra en Figura 2.



Figura 2. Muestras siendo sometidas a ultrasonido.

Luego de un tiempo de descanso, se toma una muestra con la micropipeta, y se dispone a su deposición en el portaobjetos.

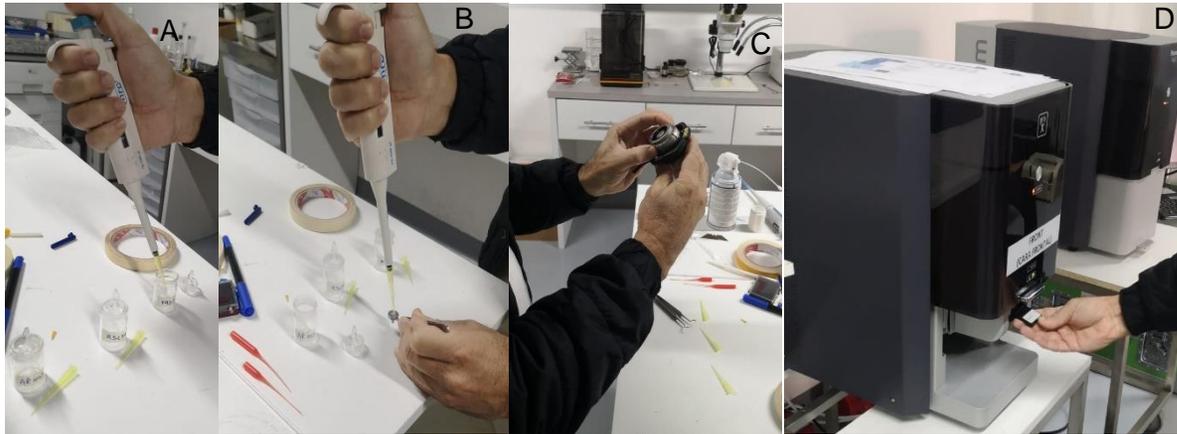


Figura 3. A. Extracción de Muestra de recipiente, B. Deposición en portaobjetos "pin", C. Posicionar portaobjetos en la capsula del SEM, D. Ubicar la capsula dentro del SEM.

Los pasos detallados fueron seguidos para la caracterización de las nanopartículas de SiO₂: muestra AR1003 y muestra SC94. A las nanopartículas de poliestireno, se debió tratarlas con un procedimiento extra como se observa en la Figura 6 con calentar la muestra previamente para una mejor adherencia al portaobjetos y evitar que en el vacío las partículas salgan expulsadas. El procedimiento extra fue posicionar el pin sobre un caufín, que se usa para calentar la muestra y que se adhiera mejor, luego se verifica que se siga visualizando muestra en el portaobjetos en un microscopio normal y se procede a seguir los mismos pasos, cuidando de no subir el voltaje keV del cañón de electrones, porque la muestra se podría ver afectada.



Figura 4. Pin portaobjetos siendo precalentado para la deposición de la muestra.

RESULTADOS

ANALISIS SEM

SiO₂-NH₂ / AR1003

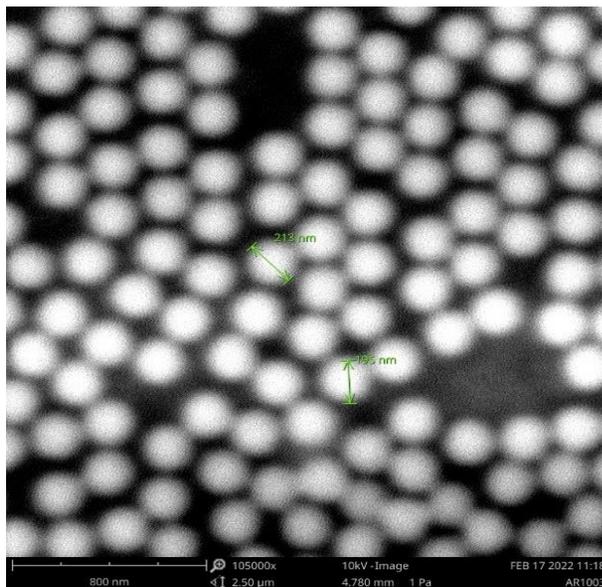


Figura 5. Muestra AR1003 vista a través del SEM: Escala 800nm y aumento de 105000x.

En las imágenes extraídas del SEM, específicamente la Figura 5 podemos observar la medición tomada del programa mostrando que las dimensiones de las nanopartículas tuvieron un diámetro de 213nm a 222nm aproximadamente luego en el Software ImageJ al comprobar las distancias daba 234nm esa misma medición, lo cual concuerda según el sitio del fabricante la dimensión aproximada de las nanopartículas SiO₂-NH₂, es de 234nm con una desviación estándar del 0.01.

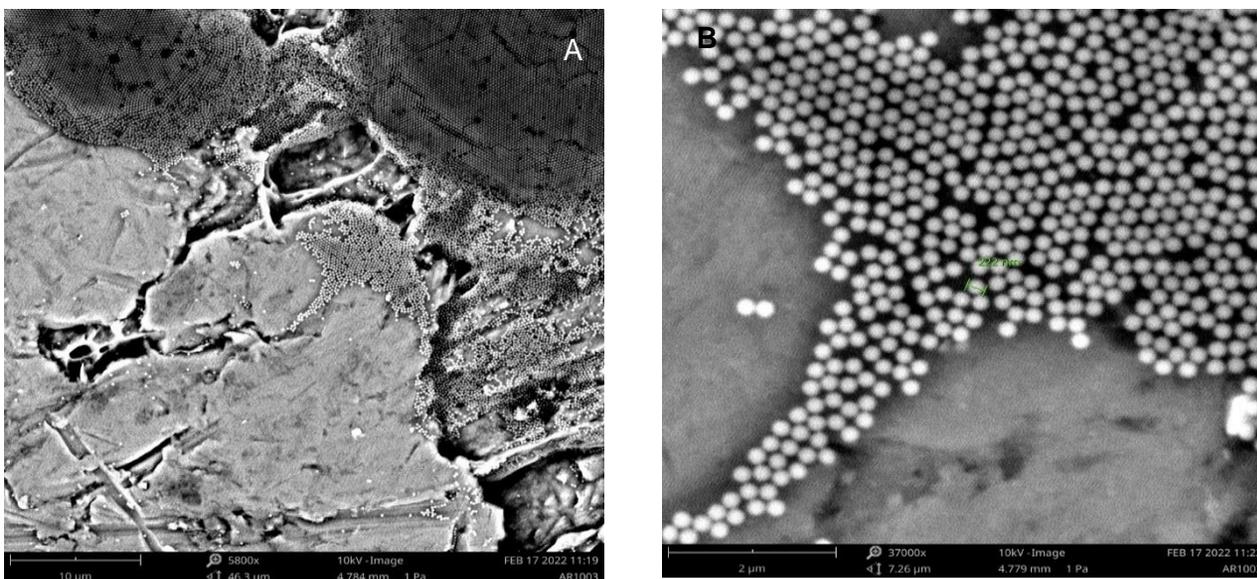


Figura 6. Muestra AR1003 vista a través del SEM: A. Aumento 5800x, 10keV, a 10 micrómetros; B. 37000x, 10keV, 2 micrómetros.

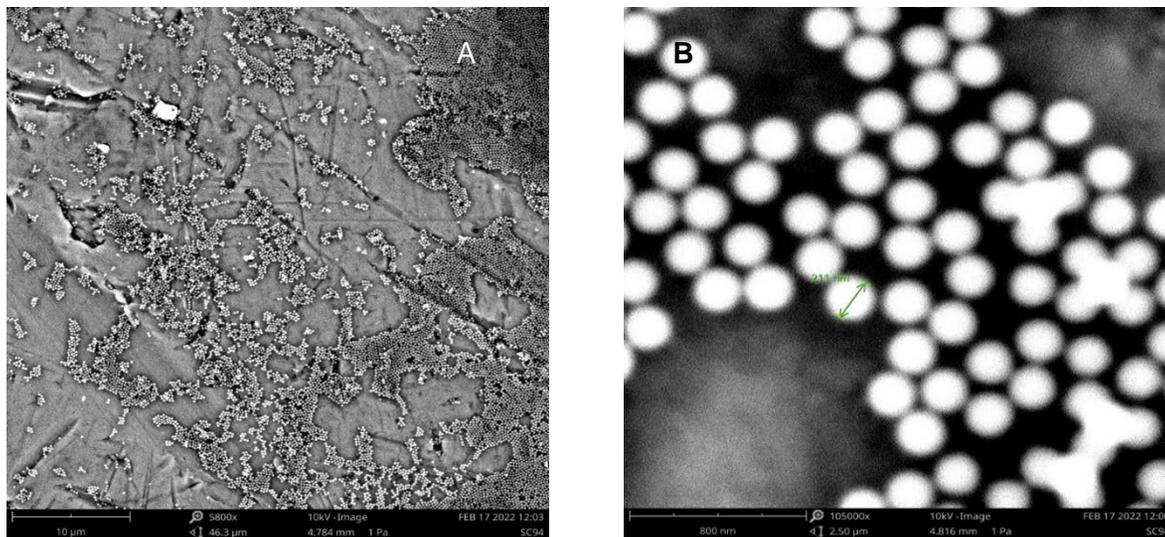
SiO₂ – RSC94

Figura 7. Muestra SC94 vista a través del SEM: A. un aumento de 5800x, escala 10 micrómetros; B. luego a escala 800nm y aumento de 105000x.

En las imágenes extraídas del SEM específicamente la 7B podemos observar, la dimensión de las nanopartículas marca 211 nm, según el sitio del fabricante la dimensión aproximada de las nanopartículas SiO₂-NH₂, es de 234nm con una desviación estándar del 0.01, en las imágenes vemos que el tamaño varía 23nm, además se puede apreciar la monodispersidad, con las nanopartículas teniendo todas una forma homogénea.

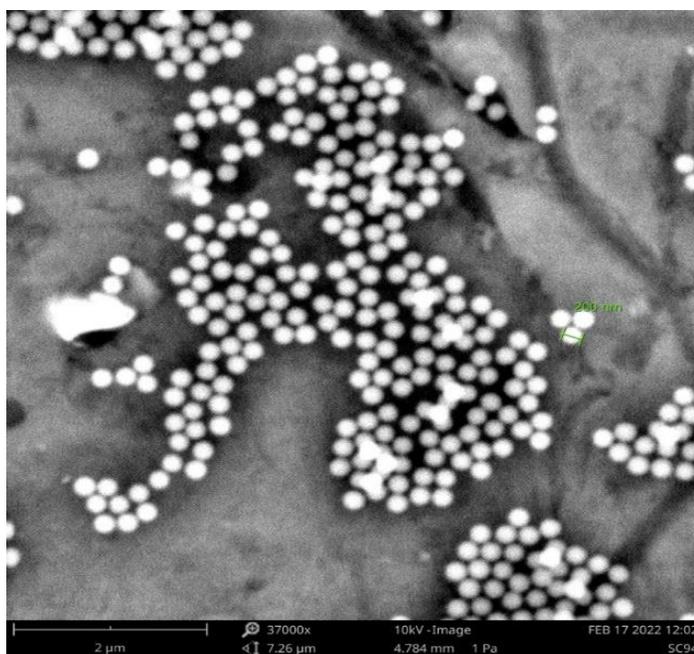


Figura 8. Muestra SC94 vista a través del SEM: A. un aumento de 3700x, escala 2 micrómetros.

PS – R - 0.25 / KM317

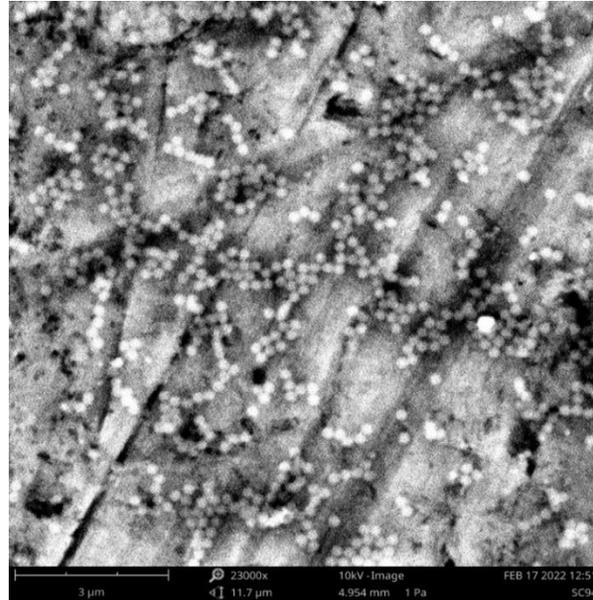


Figura 9. Muestra KM317 vista a través del SEM a un aumento de 2300x, escala 3 micrómetros.

Podemos observar que las imágenes específicamente de la Figura 10 no son tan definidas como las de silica, esto es debido a su composición química del poliestireno, que lo hace muy volátil y inflamable altas temperaturas, las dimensiones de las nanopartículas KM317, según el sitio del fabricante la dimensión aproximada es de 239nm con una desviación estándar del 0.006, en las imágenes vemos que el tamaño varía a 24 nm, además se puede apreciar la monodispersidad, ya que cada nanopartícula tiene la misma forma que otra.

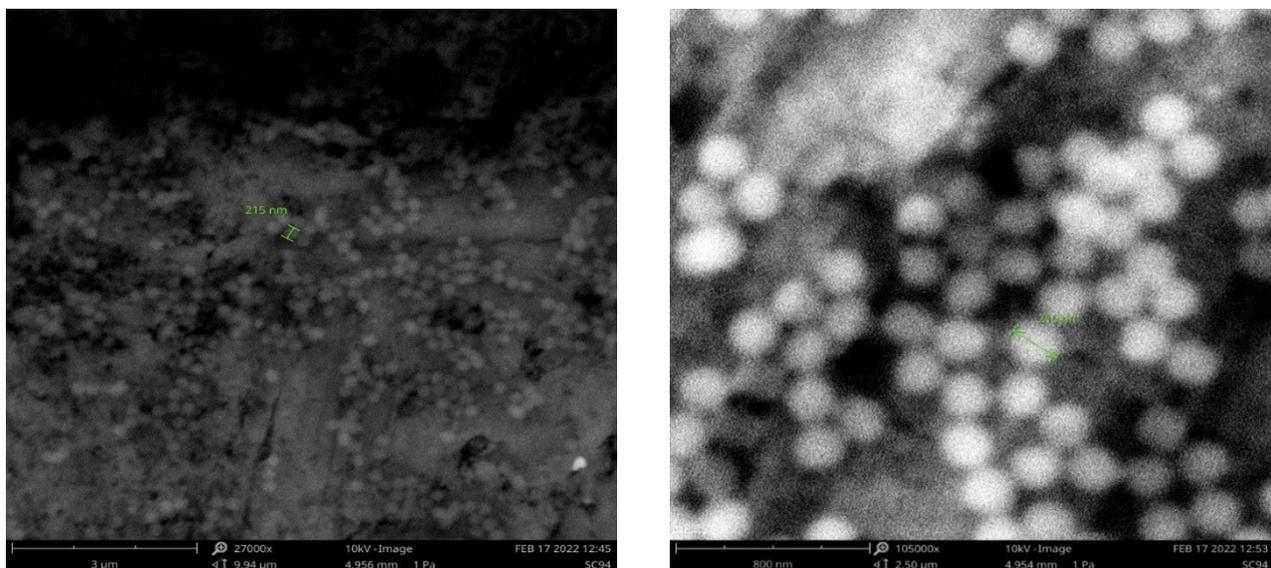


Figura 10. Medición de nanopartículas 215nm ambas a diferentes aumentos y escalas, A. 3 micrómetros y 27000x de aumento; B. 800 nanómetros y a 105000x aumentos

Análisis EDX

En el mismo Phenom X, se puede acceder al análisis EDX por el software Elemental Mapping and Line Scan, el cual permite la visualización e interpretación de datos, emitiendo también un reporte de la muestra con imágenes y tablas que explican la composición elemental de la muestra que fue analizada.

Presenta el diagrama de espectro de la muestra además de una tabla periódica donde los elementos que se encuentren en la muestra tendrán una luz verde en su respectivo lugar, además de permitir excluir elementos como se ve en el reporte “Disabled Elements” para descartar elementos que estén presentes en el portaobjetos o se sospeche de contaminación.

Elementos en las muestras: Aluminio, Oxígeno, Silicio, Magnesio, Selenio, Terbio, Tántalo, Hierro.

Cuando se tiene el espectro guiándonos por la posición de los picos se logra identificar los elementos, y la intensidad de la señal corresponderá a la concentración del elemento, como se puede observar en la Figura 4. La calidad de los resultados dependerá de la intensidad de la señal y la limpieza del espectro. La intensidad de la señal será proporcional a una buena relación entre señal / ruido.

1. SiO₂-NH₂-AR1003

Element Symbol	Atomic Conc.	Weight Conc.
Al	62.01	0.557
O	29.26	19.74
Si	4.75	5.63
Mg	3.98	4.08

Tabla 5. Resultados de EDX de la muestra AR1003, en los que se detalla la concentración de Átomos y el Peso Atómico en la muestra.

En las muestras podemos ver un pico en Aluminio, lo que nos permite aseverar que el Aluminio se presenta en el portaobjetos, después podemos ver Silicio y Oxígeno los componentes principales, además de Magnesio que también se supone es del pin porta objetos, algunos elementos fueron deshabilitados como el Selenio y Terbio que suponemos es alguna contaminación. Cabe aclarar que los resultados varían de donde es tomado el análisis ya que se basa en la zona donde se posiciona el microscopio para hacer el análisis.

SiO2-SC94

Element Symbol	Atomic Conc.	Weight Conc.
O	61.06	47.14
Si	24.44	33.12
Al	13.66	17.78
Ta	0.13	1.11
Mg	0.72	0.84

Tabla 6. Resultados de EDX de la muestra SC94, en los que se detalla la concentración de Átomos y el Peso Atómico en la muestra.

Podemos visualizar Silicio y Oxígeno los componentes principales algo de Tántalo, además de Magnesio que también se supone es del pin porta objetos, algunos elementos fueron deshabilitados como el Teluro que suponemos es alguna contaminación.

PS-KM317

El Carbono y el Oxígeno presentes, son los que nos indican que se trata de poliestireno, la concentración de carbono es muy alta y la de oxígeno muy baja, el Aluminio se supone es del pin portaobjetos al igual que el Magnesio.

Element Symbol	Atomic Conc.	Weight Conc.
C	67.10	48.85
Al	27.79	45.45
O	3.64	3.53
Mg	1.47	2.17

Tabla 7. Resultados de EDX de la muestra KM317, en los que se detalla la concentración de Átomos y el Peso Atómico en la muestra

IMAGE J

Se utilizo el software Image J para la medición de las imágenes obtenidas del SEM y así poder comprobar dimensiones, formas, dispersión y numero de partículas por imagen.

Con el software Imagen hicimos las comprobaciones primero estableciendo la escala de la imagen con la guía que se encuentra en la parte posterior izquierda de la imagen mostrando la medida, una vez establecida se dibuja formas. Se tomo las figuras 5 y 6B correspondientes a la muestra AR1003 para las comprobaciones en Imagen J, siendo las últimas mediciones en cada table las correspondientes a cada letra A, B.

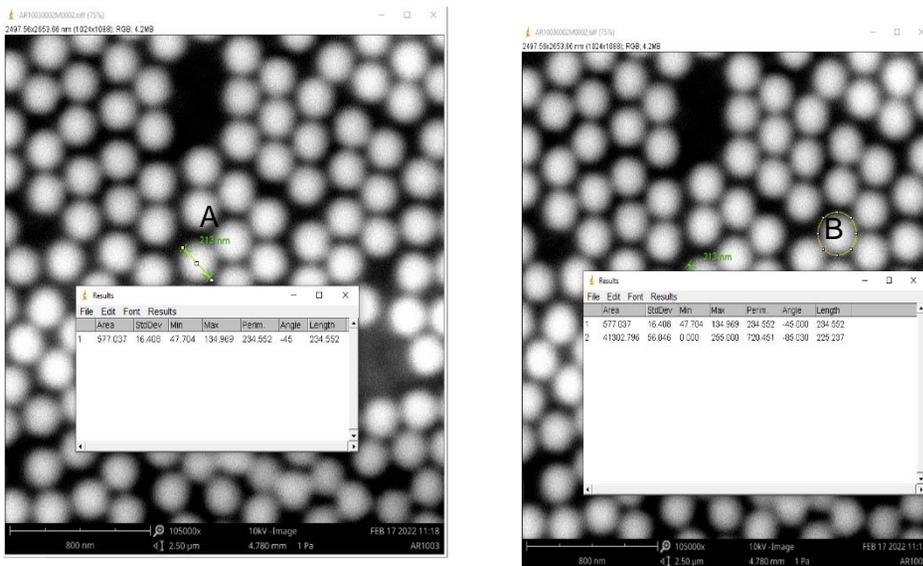


Figura 11. Con la escala bien ubicada vemos que el valor de IMAGEJ concuerda con el del fabricante en las diferentes pruebas A, B aproximadamente 230 nm por partícula.

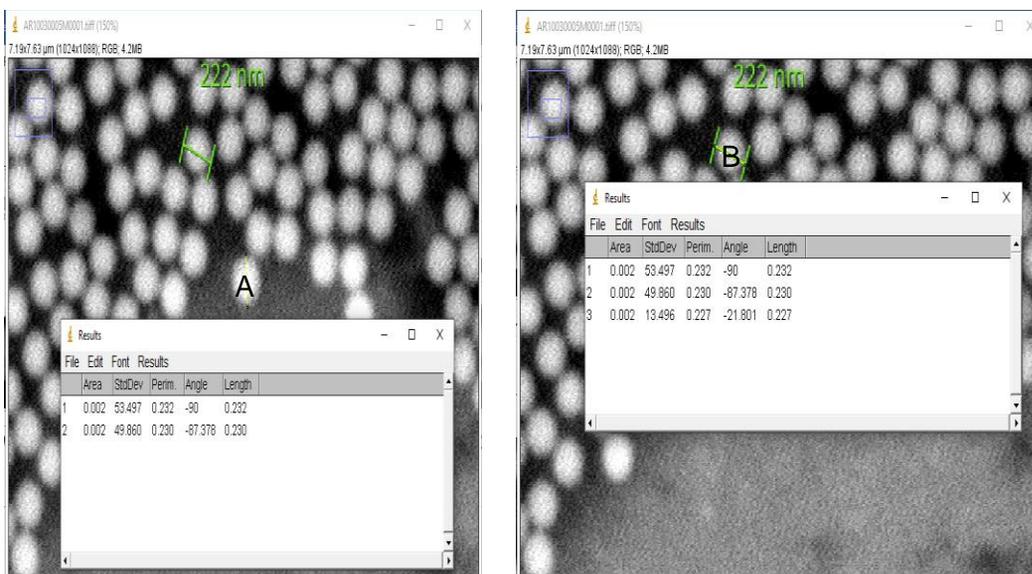


Figura 12. Con la escala bien ubicada vemos que el valor de IMAGEJ concuerda con el del fabricante en las diferentes pruebas A, B aproximadamente 230 nm por partícula.

Después se procedió la comprobación con las imágenes de la muestra SC94, respectivamente la Figura 7B, se hizo un aumento y se recogió más zona para llegar a un punto medio en la medida de 249nm, suponemos que debe haber sido un problema de área que se haya tomado en la imagen del SEM porque simplemente se mide con clics de mouse sin tracking a las formas.

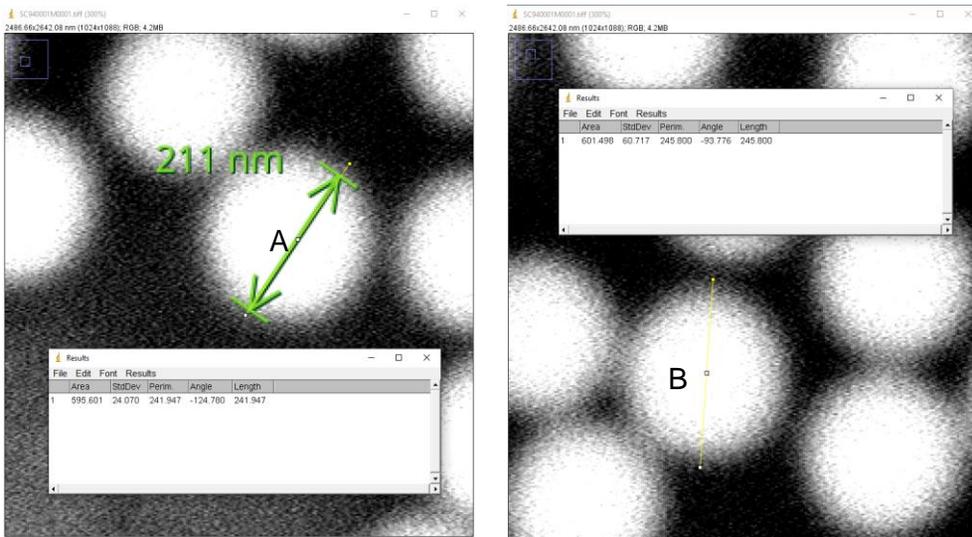


Figura 13. Con la escala bien ubicada vemos que el valor de IMAGEJ concuerda con el del fabricante en las diferentes pruebas A, B aproximadamente 245 nm por partícula.

Para culminar con la comprobación de la muestra KM317. Se procedió a seleccionar las nanopartículas más visibles y a hacer mediciones llegando a la medida en la que especifica el distribuidor, haciendo zoom, suponemos o que es un error de escala del programa EDS del Phenom que haya reconocido 200nm o simplemente se escogió mal los puntos para medir la nanopartícula.

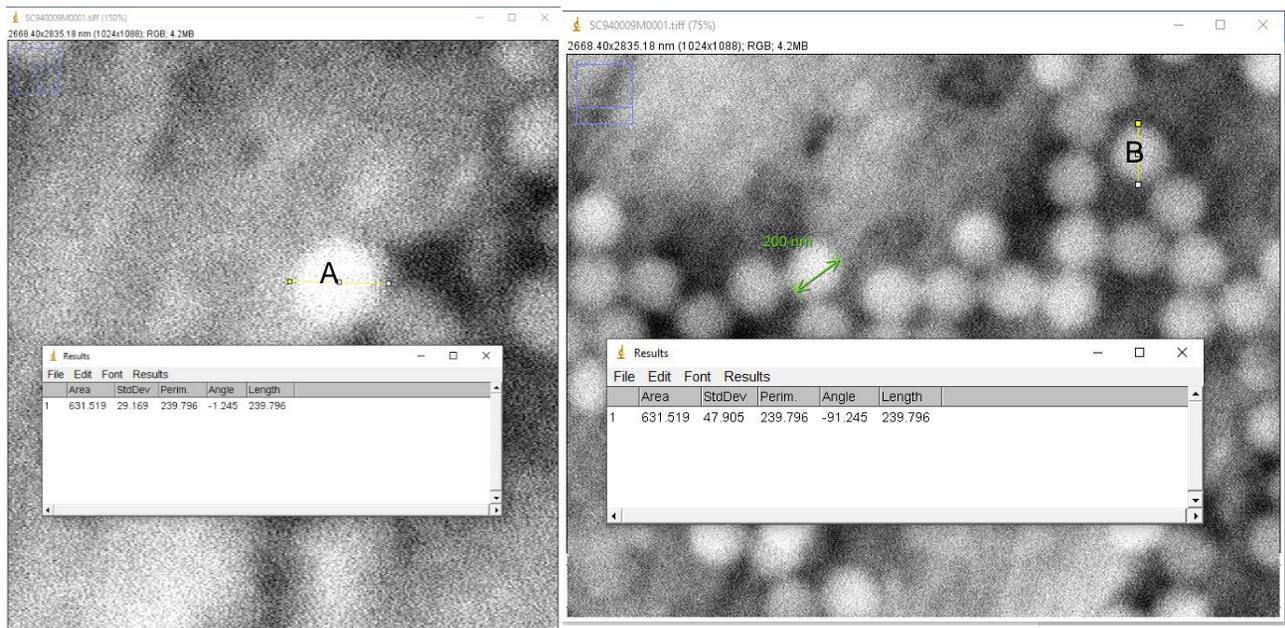


Figura 14. Con la escala bien ubicada vemos que el valor de IMAGEJ concuerda con el del fabricante en las diferentes pruebas A, B aproximadamente 239 nm por partícula.

Conclusiones

- Los resultados de las imágenes SEM nos dieron imágenes muy claras y definidas de las nanopartículas de la muestra de Silica: AR1003 - SC94, y un tanto difusas en las del poliestireno esto se debe a que solo se hizo una visualización sin agregar partículas de oro esta técnica se llama “sputtering” se realiza para obtener las mejores condiciones de imagen.
- Se recomienda comprobar en IMAGEJ dimensiones debido a que es muy fácil establecer escalas y recolectar información como radios, diámetros, circunferencias, perímetros, número de partículas, etc.
- Se logró la caracterización de nanopartículas de SiO₂ y poliestireno con los métodos SEM y EDX. En el análisis SEM pudimos obtener imágenes de su dispersión, sus tamaños, sus formas, los grupos que usualmente generan, aun manteniendo bastante contenido en el recipiente de las muestras de las nanopartículas para futuros experimentos ya que solo se usó una micropipeta para la toma de muestra. Los tamaños de las nanopartículas varían con la información del fabricante con un error aproximado 10 a 20nm,
- Se recomienda tomarse su tiempo para escoger los puntos de medición de las nanopartículas ya que a escalas tan pequeñas tomar mal los puntos pueden dar generar errores de medición.
- El EDX nos permitió ver su caracterización elemental química, sacando el Aluminio que se ve en casi todas las muestras que solo indica el material del que esta compuesto el portaobjetos que su uso para posicionar la muestra. Si se quiere análisis con más detalles sobre radicales -OH se debe tener en mente análisis con microscopios de infrarrojo o espectroscopia Raman.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Paraguay, F. (2020). Técnicas de microscopía electrónica usadas en el estudio de Nanopartículas. Mundo Nano, 102.
- [2] Garzon, M. M. (2018). Nanomateriales, nanopartículas y síntesis verde. Repertorio de Medicina y Cirugía, 76.
- [3] A. Acosta Jimenez. La nanotecnología. Barcelona, 2019.
- [4] Ojeda, Gonzalo Adrián, Arias Gorman, Adriana María, Sgroppo, Sonia Cecilia. (2018). Nanotecnología y su aplicación en alimentos.1,
- [5] Loïc Crouzier, Alexandra Delvallée, Laurent Devoille, Influence of electron landing energy on the measurement of the dimensional properties of nanoparticle populations imaged by SEM, Ultramicroscopy, Volume 226, 2021, 113300, <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2021.113300>.
- [6] M.A. Butt, S.N. Khonina, N.L. Kazanskiy, Recent advances in photonic crystal optical devices: A

review, *Optics & Laser Technology*, Volume 142, 2021, 107265, ISSN 0030-3992, <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2021.107265>. 8

[7] Impedance modeling of silica nanoparticle metal insulator metal capacitors, *Electrochimica Acta*, Volume 280, 2018, Pages 62-70, ISSN 0013-4686, <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.05.084>.

[8] Miguel Ipohorski¹ y Patricia B. Bozzano *Microscopía Electrónica De Barrido En La Caracterización De Materiales* Volume 63, 2018, 3-5. <http://aargentinapciencias.org/wp-content/uploads/2018/01/RevistasCel/tomo63-3/5- MICROSCOPIA-ELECTRONICA-DE-BARRIDO-EN-LA-CARACTERIZACION-DEMATERIALES-cei63-3-2013-5.pdf>

[9] Adolfo Martínez Orellana. *Microanálisis Por Dispersión De Energías De Rayos-X (Xeds)* 2010 <https://www.uma.es/sme/nueva/Documentos/EDXS.pdf>

[10] L. Martínez Goyeneche. (2018) *Determinación del Tamaño de nanopartícula mediante Difracción de Rayos X*. Repositorio Universidad de Cantabria.

[11] Ángel Pérez del Pino. *Equipo Experimental Y Técnicas De Caracterización*. https://www.tesisenred.net/bitstream/handle/10803/1767/02_CAPITULO_II.pdf?sequence=3

[12] M. Álvarez Láinez, H. Martínez Tejada, F. Jaramillo Isaza, "Nanotecnología: Fundamentos y aplicaciones. Primera edición, Colombia: Universidad de Antioquia, 2019.

[13] Freestone I., Meeks N., Sax M., Higgitt C. The Lycurgus Cup—A Roman nanotechnology. *Gold Bull.* 2007;40:270–277. doi: 10.1007/BF03215599.