



UDLAR
FACULTAD DE QUÍMICA

Nanotecnología Aplicada a la Microbiología

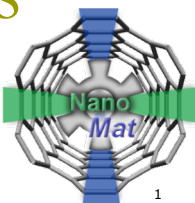


UNIVERSIDAD
DE LA REPÚBLICA

Caracterización de Nanomateriales

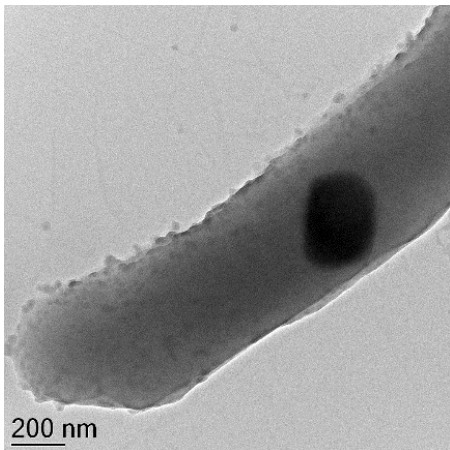


Dr. Ricardo Faccio
Centro NanoMat/DETEMA
 Facultad de Química
 Universidad de la República
rfaccio@fq.edu.uy



Punteo

- ▣ Introducción
- ▣ Técnicas Espectroscópicas.
 - UV-vis
 - Dynamic Light Scattering
- ▣ Técnicas de Imagenología.
 - Microscopia Electrónica:
 - ▣ TEM y SEM
 - Microscopia de Fuerza Atómica
 - Microscopia Raman
- ▣ Difracción de Rayos X
 - Alto y Bajo Ángulo
- ▣ Conclusiones



200 nm

Junio de 2019

2

1. ¿Qué es la Nanotecnología?

- Es el estudio y control de la materia, a una escala entre 1 y 100 nm

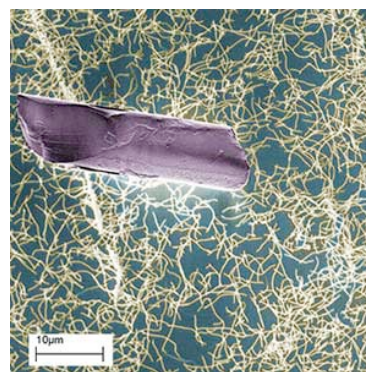
$$1 \text{ nm} = 1/1\,000\,000\,000 \text{ m}$$

$$1 \text{ nm} = 1 \times 10^{-9} \text{ m}$$

La nanociencia es el estudio de fenómenos y manipulación de materiales a escalas atómica, molecular y macromolecular; donde las propiedades difieren significativamente de aquellas a gran escala.

La nanotecnología es el diseño, la caracterización, la producción y la aplicación de estructuras, dispositivos y sistemas para controlar la forma y tamaño a escala nanométrica.

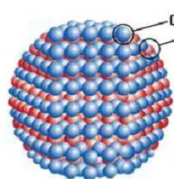
Junio de 2019



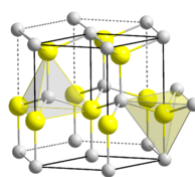
3

1. Conceptos: Propiedades Dependien del tamaño

Confinamiento cuántico
Propiedades ópticas

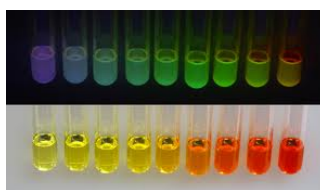


Nanocrystal



CdSe

Cristal
micrométrico



1. Conceptos: Metodologías: Top-Down & Bottom-Up

□ Top-down:

Reducción de tamaño. Los mecanismos y las estructuras se miniaturizan a escala nanométrica. Este tipo de Nanotecnología ha sido el más frecuente hasta la fecha.

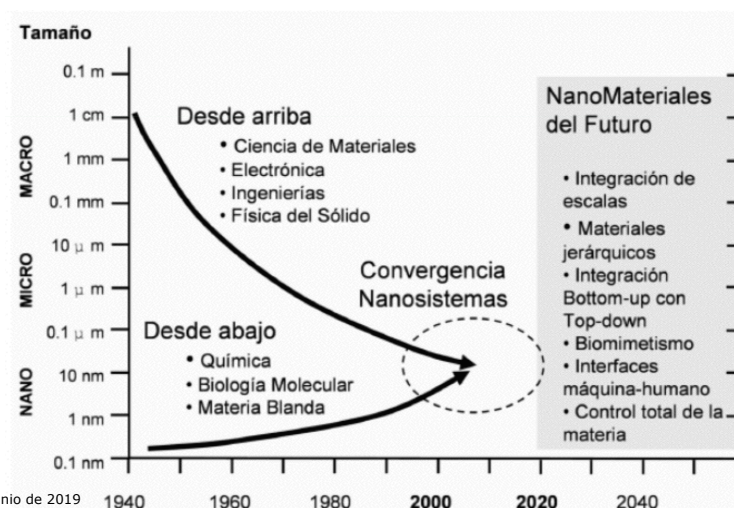
□ Bottom-Up:

Auto ensamblado. Se comienza con una estructura nanométrica como una molécula y mediante un proceso de montaje o auto-ensamblado, se produce el crecimiento. Este enfoque, que algunos consideran como el único y "verdadero" enfoque nanotecnológico, ha de permitir que la materia pueda controlarse de manera extremadamente precisa.

Junio de 2019

5

1. Top-Down & Bottom-Up

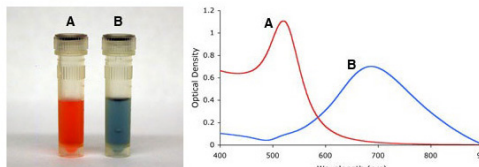


6

2. Caracterización Óptica

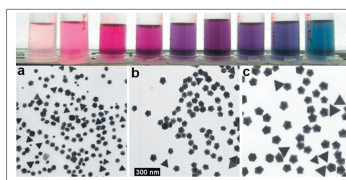
□ Nanopartículas

- Metálicas
- Semiconductoras



□ Nanopartículas Metálicas

- Plasmón de Superficie
 - Resonancia
 - Depende del tipo de material solvente
 - Depende de la forma y del tamaño de las NPs



Junio de 2019

7

2. Caracterización Óptica

□ Copa de Licurgo (Siglo IV)

□ Ag-Au NP embebidas en vidrio.



Absorción: **rojo** Dispersión: **verde**

$$\begin{aligned}\epsilon &= 10^9 - 10^{11} \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1} \\ C_{\text{sca}} &= 10^{-13} - 10^{-9} \text{ cm}^2 \\ \phi_{\text{sca}} &= 0.04 - 0.90\end{aligned}$$

Ag NPs (20–150 nm):
 $\lambda_{\text{sp}} = 380 - 600 \text{ nm}$

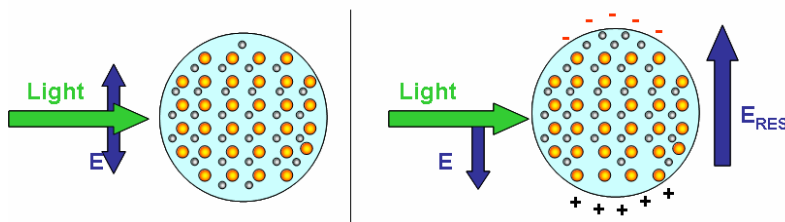
Au NPs (20–150 nm):
 $\lambda_{\text{sp}} = 520 - 660 \text{ nm}$

Junio de 2019

8

2. Caracterización Óptica

- La resonancia del plasmón superficial (SPR) es el movimiento colectivo de los electrones de conducción inducido por radiación electromagnética.
- Debido al tamaño de las nanopartículas, el campo eléctrico inducido supera ampliamente al incidente.

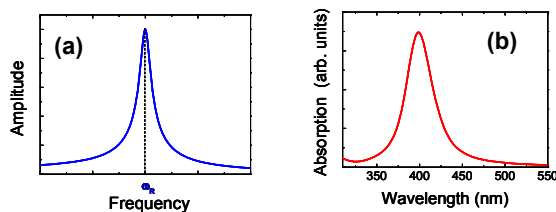


Junio de 2019

9

2. Caracterización Óptica

- Se genera una respuesta a una frecuencia característica, frecuencia del plasmón superficial ω_R .
- Lo que genera un espectro de absorción como el mostrado en la figura (b), para Ag NPs de 10 nm

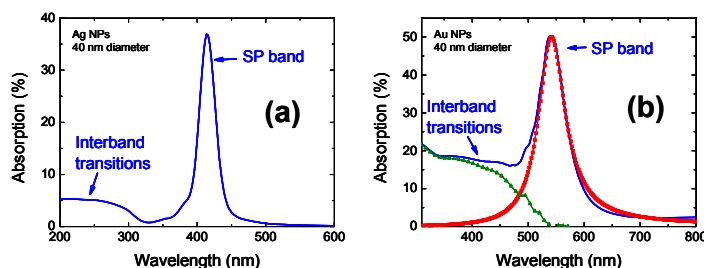


Junio de 2019

10

2. Caracterización Óptica

- Absorción Óptica de NPs de Ag y Au de 40 nm



- La contribución la SPR supera las transiciones ópticas intrabanda.

Junio de 2019

11

2. Caracterización Óptica

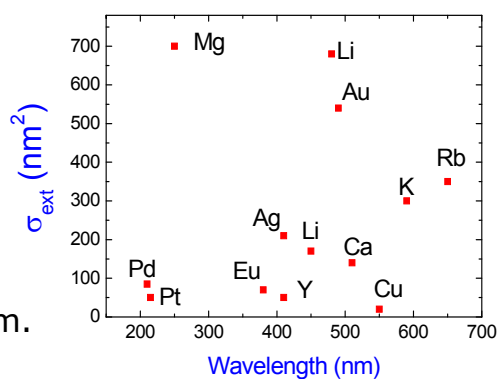
- Coeficiente de Extinción (absortividad) depende de:

- Morfología.
- Tamaño.
- Material.

$$c(M) = \frac{A}{b(cm) \epsilon(M^{-1}cm^{-1})}$$

- Ejemplo:

- para NPs de 10 nm.

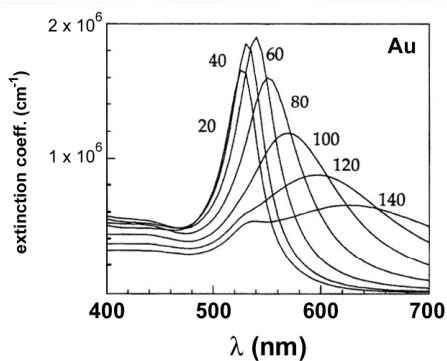


Junio de 2019

12

2. Caracterización Óptica

- Coeficiente de Extinción (absortividad) en función del tamaño.



- Cálculo a través de la Teoría de Mie.

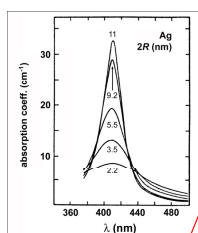
Junio de 2019

Yguerabide, *Anal. Biochem.* **1998**, 262, 137.

13

2. Caracterización Óptica

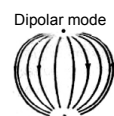
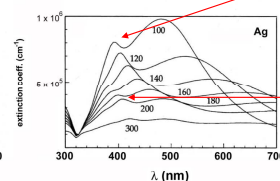
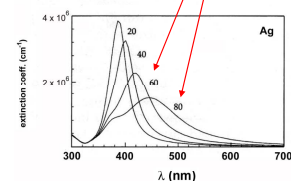
- Efecto del tamaño



Dispersión de superficie, el ensanchamiento es proporcional a $1/R$

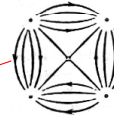
Red-shif y ensanchamiento para partículas de tamaño mayor al camino libre medio de los electrones $L_e = 40-50$ nm

Resonancias de orden superior, aparece a tamaños mayores al L_e



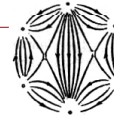
Electric field $L = 1$

Quadrupolar mode



Electric field $L = 2$

Octupolar mode



Electric field $L = 3$

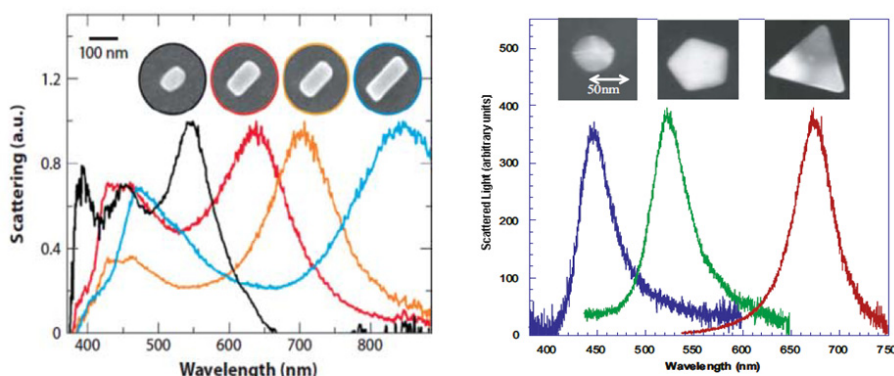
Junio Calculated plasmon response from spherical Ag nanoparticles in H₂O:
Yguerabide, *Anal. Biochem.* **1998**, 262, 137.

7

14

2. Caracterización Óptica

□ Efecto de Forma



U. Kreibig, M. Vollmer. Optical Properties of Metal Clusters. Springer-Verlag, Berlin; 1995.

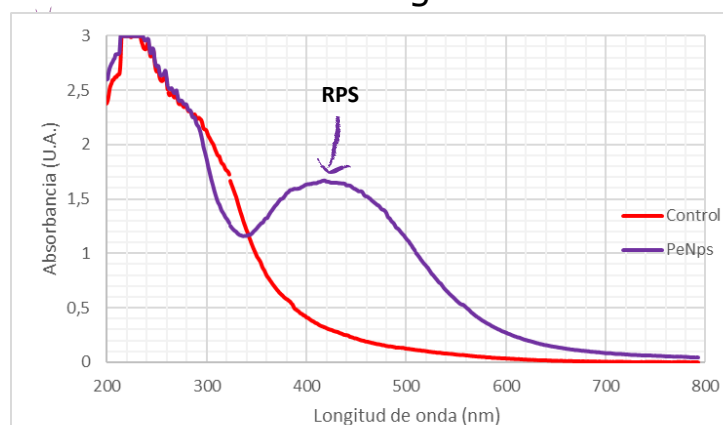
Junio de 2019

Mock J. J., Barbic M., Smith D. R., Schultz D. A., and Schultz S. J. Chem. Phys. 2002;116(15): 6755–6759.

15

2. Caracterización Óptica

□ Biosíntesis de NPs de Ag



Junio de 2019

16

2. Caracterización Óptica

- ▣ Importancia del medio de medida
- ▣ Dispersión de Tamaños
- ▣ Efectos de Forma
- ▣ Posibilidad de cuantificación
- ▣ Debe ser corroborado con otra técnica.
 - Imagenología
 - Caracterización Estructural

Junio de 2019

17

3. Dispersión Dinámica de Luz



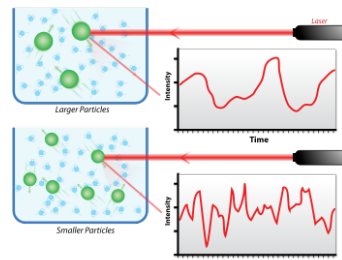
Junio de 2019

18

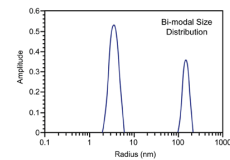
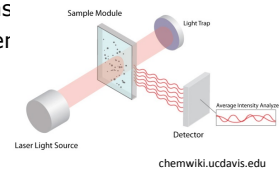
3. Dynamic Light Scattering

- Mide el movimiento Browniano de nanopartículas y se relaciona con su forma y tamaño

- Se utiliza un láser
- La luz dispersada es proporcional $I \propto r^3$
- Debido a que las partículas se mueven la dispersión fluctúa
- Dicha fluctuación depende de la difusividad de las
- Las medidas de correlación consecutivas permiten
- Con ella se determina el tamaño de partícula.



Junio de 2019



3. Dynamic Light Scattering

- Función de Correlación

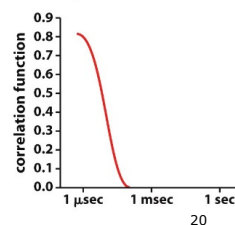
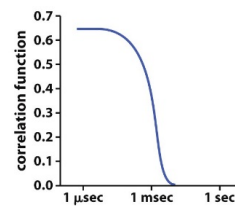
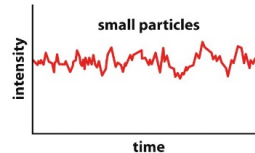
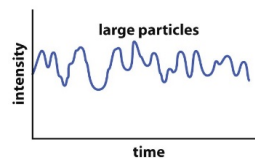
- $C(\tau) = \langle [\Delta I(t)][\Delta I(t + \tau)] \rangle$

- $D = \frac{k_B T}{f}$ y $f = 6\pi\mu r$

- Ecuación de Stokes-Einstein

- $D = \frac{k_B T}{f}$ y $f = 6\pi\mu r$

- $D = \frac{k_B T}{6\pi\mu r}$ de aquí se puede despejar "r"



Junio de 2019

3. Dynamic Light Scattering

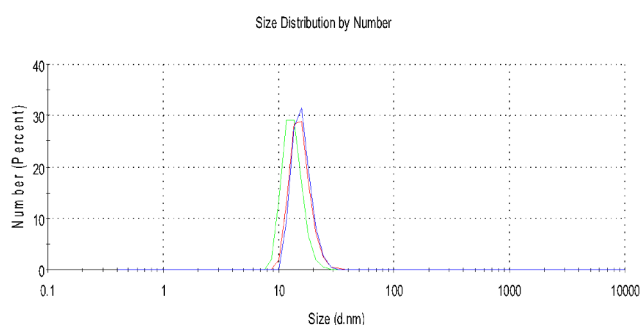
- ▣ La medida de "r" es el radio de partícula hidrodinámico.
 - No es el radio de partícula.
 - Suele ser mayor al radio de partícula
- ▣ Es necesario realizar varias réplicas.
- ▣ Tener en cuenta el solvente:
 - Tipo
 - Temperatura
 - Efecto de la viscosidad

Junio de 2019

21

3. Dynamic Light Scattering

- ▣ Integración por Intensidad o Número



- ▣ Índice de polidispersión

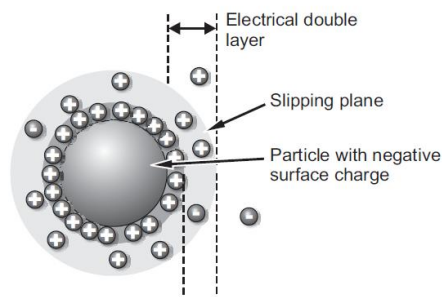
Junio de 2019

22

3. Dynamic Light Scattering

□ Potencial Z

- Permite determinar la carga superficial de los coloides en solución.
- El potencial eléctrico en la periferia se conoce como potencial Z



□ Estudios de Estabilidad

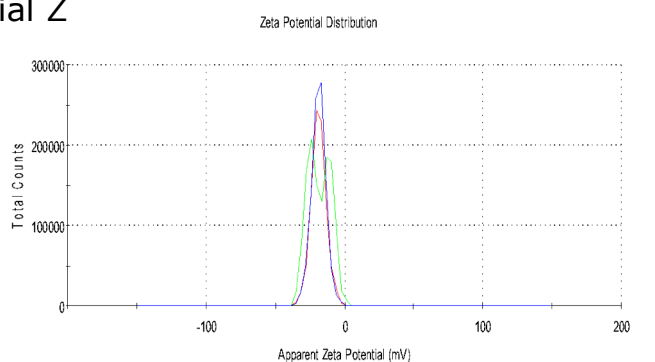
- $ZP < -30 \text{ mV}$
- $ZP > +30 \text{ mV}$

Junio de 2019

23

3. Dynamic Light Scattering

□ Potencial Z



□ Estudios de Estabilidad

- $ZP < -30 \text{ mV}$
- $ZP > +30 \text{ mV}$

Junio de 2019

24

4. Microscopia Electrónica

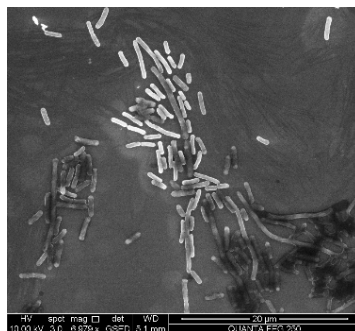


Junio de 2019

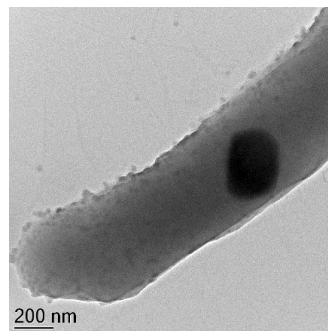
25

4. Microscopía Electrónica

- ▣ Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)
- ▣ Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)



Junio de 2019



26

4. Microscopía Electrónica

□ Microscopios de Luz

- 500 a 1500 X de aumento.
- Resolución espacial $\sim 0.2 \mu\text{m}$

□ Resolución depende de:

- Longitud de onda de la Fuente de iluminación.
- Apertura numérica de la lente



$$d = \frac{0.612\lambda}{NA}$$

Junio de 2019

27

4. Microscopía Electrónica

□ La longitud de Onda de los electrones depende de:

- Masa del electron
- Carga del electrón
- Potencial de aceleración de los electrones (Voltaje)

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mqV}}$$

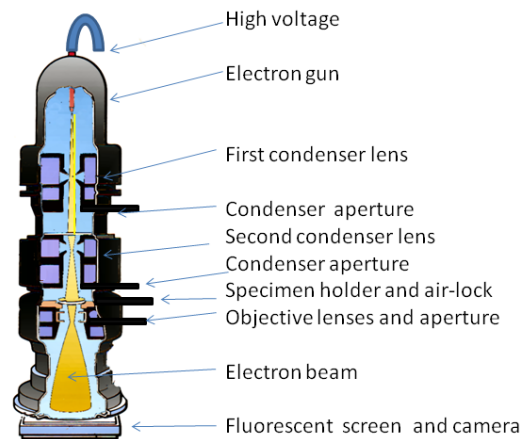
Junio de 2019

28

4. Microscopía Electrónica

□ Microscopio TEM

- Flujo de electrones pasa a través de la muestra.
- Fenómenos de Dispersión.
- Los electrones no dispersados pasan por la muestra y se colectan



Junio de 2019

29

4. Microscopia Electrónica

- TEM
- HRTEM



Grilla de Cobre



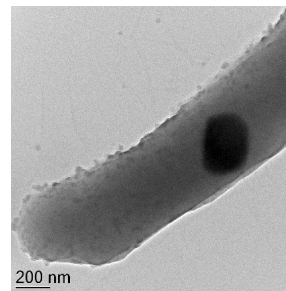
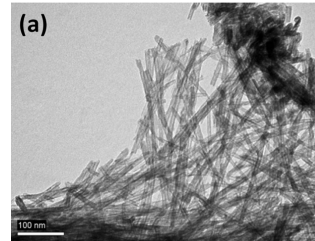
Junio de 2019

30

4. Microscopía Electrónica

□ Microscopio TEM

- Morfología:
 - Forma, tamaño y agregación de partículas.
- Composición Química:
 - Análisis elemental.
- Estructura Cristalina:
 - Arreglo de átomos
 - Defectos

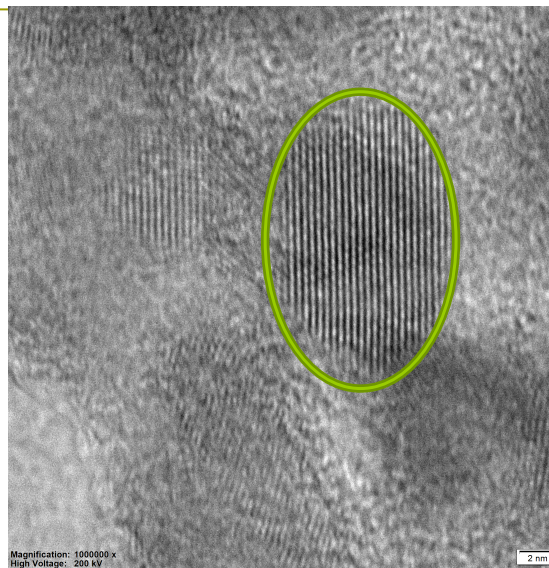


Junio de 2019

31

4. Microscopía Electrónica (TEM)

- Ventajas
 - Estudios adicionales como espectrometría de rayos X se pueden realizar.
 - Imágenes de alta resolución.
 - Reconstrucción de imagen 3D.
- Desventajas
 - Se mide en vacío.
 - Muestra resistente al flujo de electrons.
 - Procesamiento de muestra

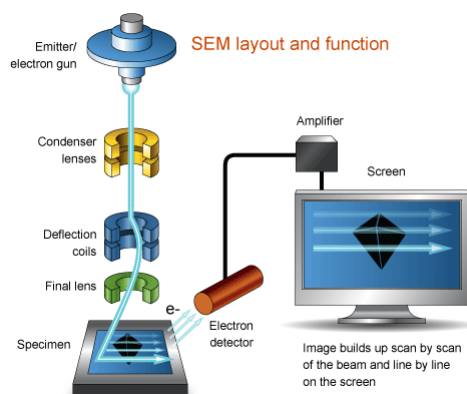


Junio de 2019

4. Microscopía Electrónica

□ Microscopio SEM

- Electrones penetran en la muestra.
- Interacción entre e- y muestra.
- Electrones y fotones se emiten desde la muestra.
- Los electrones emitidos se detectan



http://virtual.itg.uiuc.edu/training/EM_tutorial/

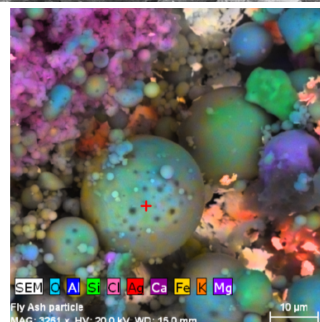
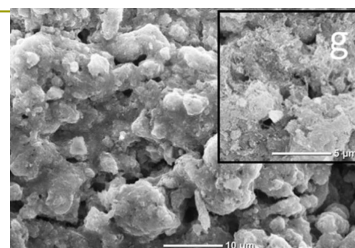
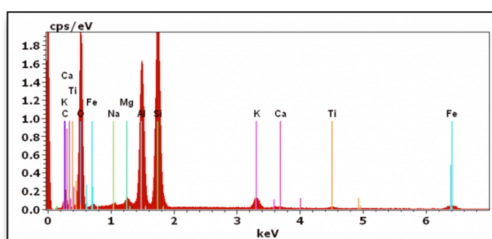
Junio de 2019

33

4. Microscopía Electrónica

□ Microscopio SEM

- Topografía: Textura y superficie de la muestra.
- Morfología: Forma, tamaño y agregación de partículas.
- Composición Química: Análisis elemental.
- Estructura Cristalina



4. Microscopía Electrónica (SEM)

□ Ventajas

- Muestras en volumen y tamaño “grande” pueden observarse.
- Es posible alcanzar buena resolución.
- Permite ver pureza y características de agregación.

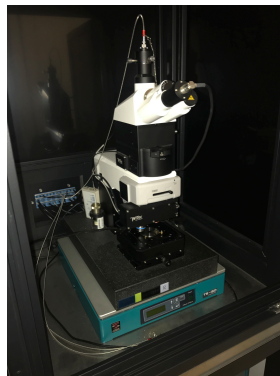
□ Desventajas

- Muestras deben ser conductoras.
- Muestras aislantes deben ser recubiertas.
- No es posible resolver estructura interna.
- Presencia de Vacío.

Junio de 2019

35

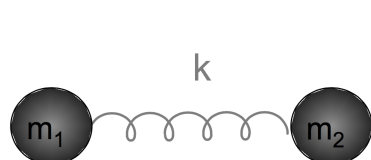
5. Microscopia Raman Confocal



Junio de 2019

36

5. Modos Vibracionales



$$V = \frac{1}{2} kx^2$$

$$\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}}; \quad \frac{1}{\mu} = \frac{1}{m_1} + \frac{1}{m_2}$$

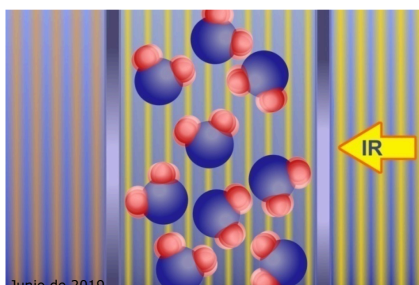
Bond	Bond Energy [kcal (kJ)]	Stretching Frequency (cm ⁻¹)
<i>Frequency dependence on bond energies</i>		
C—C	83 (350)	1200
C=C	146 (611)	1660
C≡C	200 (840)	2200
	↓ stronger bond	↓ $\bar{\nu}$ increases
Bond	Bond Energy [kcal (kJ)]	Stretching Frequency (cm ⁻¹)
<i>Frequency dependence on atomic masses</i>		
C—H	100 (420)	3000
C—D	100 (420)	2100
C—C	83 (350)	1200
	↓ heavier atoms	↓ $\bar{\nu}$ decreases

Junio de 2019

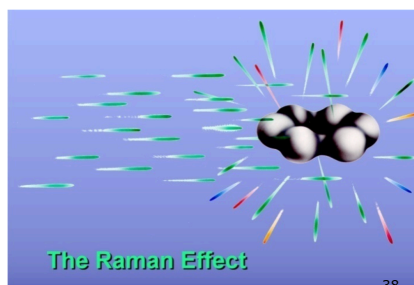
37

5. Reglas de Selección

- IR: Absorción de fotón por dipolo (μ) del modo normal de vibración.
- Raman: Dispersión inelástica mediada por momento dipolar inducido (polarizabilidad α) generado por la OEM.

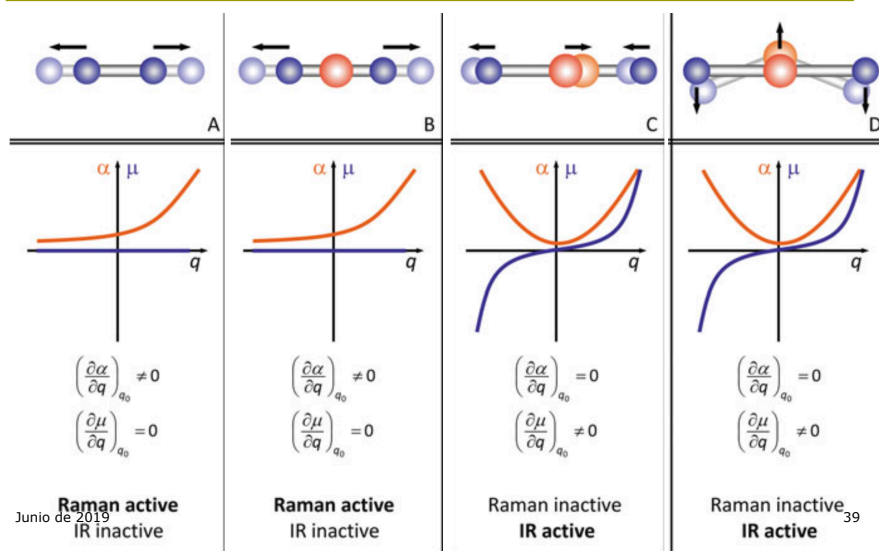


Junio de 2019



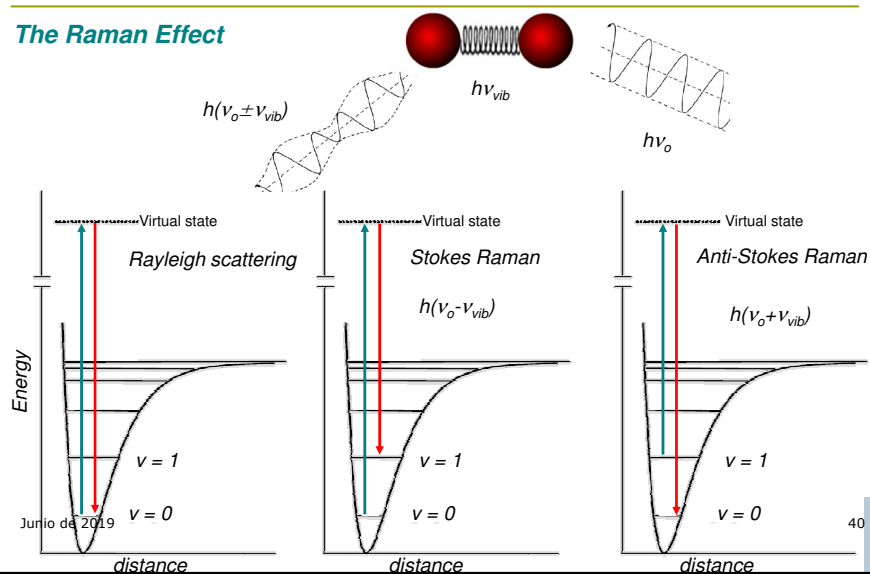
38

5. Reglas de Selección: IR vs Raman



5. El efecto Raman

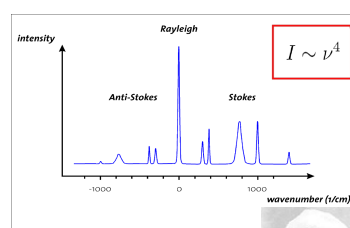
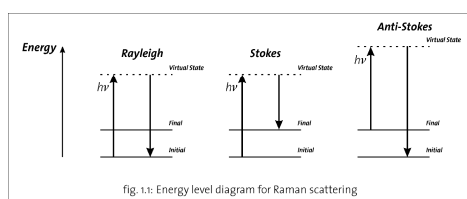
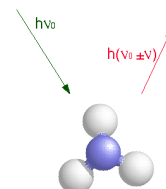
The Raman Effect



5. El efecto Raman

The Raman Effect

- non-resonant excitation (Stokes) or annihilation (Anti-Stokes) of a vibrational quantum
- energy shift between the exciting and scattered photon is characteristic for the molecules involved in the scattering process

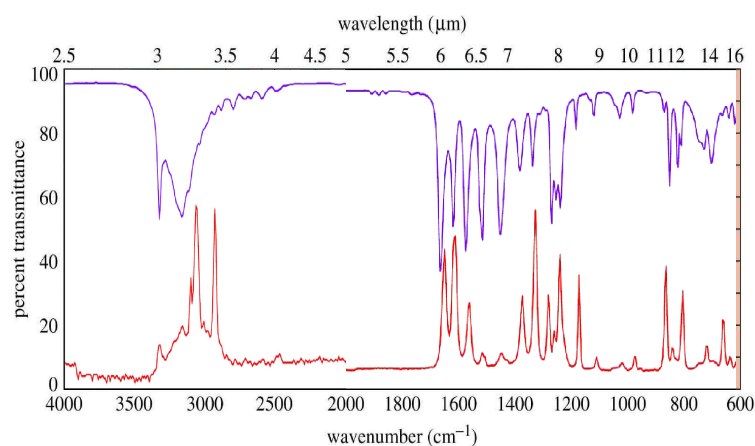


- theoretical prediction 1923 by A. Smekal
- experimentally discovered 1928 by Sir Chandrasekhara Raman, Nobel Prize 1930

Junio de 2019

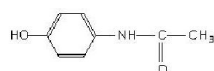


5. Infrarrojo vs. Raman



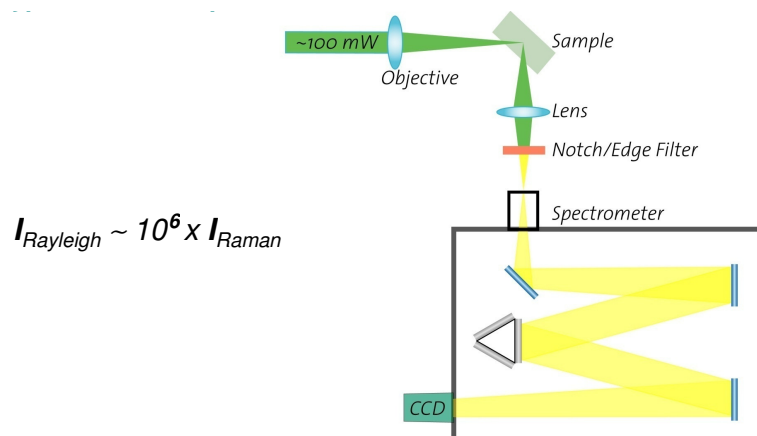
Junio de 2019

Paracetamol



42

5. Esquema Típico de Experimento

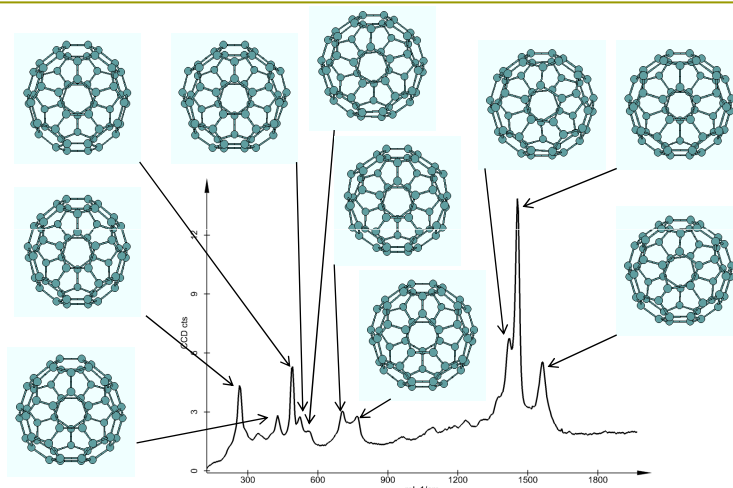


Junio de 2019

- typical integration times: seconds - several minutes

43

5. Espectroscopia Raman



Junio de 2019

chemical, but NO spatial resolution

44

5. Identificación de Bandas

Functional Group/ Vibration	Region	Raman	InfraRed
Lattice vibrations in crystals, LA modes	10 - 200 cm^{-1}	strong	strong
$\delta(\text{CC})$ aliphatic chains	250 - 400 cm^{-1}	strong	weak
$\nu(\text{Se-Se})$	290 - 330 cm^{-1}	strong	weak
$\nu(\text{S-S})$	430 - 550 cm^{-1}	strong	weak
$\nu(\text{Si-O-Si})$	450 - 550 cm^{-1}	strong	weak
$\nu(\text{Xmetal-O})$	150-450 cm^{-1}	strong	med-weak
$\nu(\text{C-I})$	480 - 660 cm^{-1}	strong	strong
$\nu(\text{C-Br})$	500 - 700 cm^{-1}	strong	strong
$\nu(\text{C-Cl})$	550 - 800 cm^{-1}	strong	strong
$\nu(\text{C-S})$ aliphatic	630 - 790 cm^{-1}	strong	medium
$\nu(\text{C-S})$ aromatic	1080 - 1100 cm^{-1}	strong	medium
$\nu(\text{O-O})$	845 - 900 cm^{-1}	strong	weak
$\nu(\text{C-O-C})$	800 - 970 cm^{-1}	medium	weak
$\nu(\text{C-O-C})$ asym	1060 - 1150 cm^{-1}	weak	strong

Junio de 2019

45

$\nu(\text{CC})$ alicyclic, aliphatic chain vibrations	600 - 1300 cm^{-1}	medium	Medium
$\nu(\text{C=S})$	1000 - 1250 cm^{-1}	strong	weak
$\nu(\text{CC})$ aromatic ring chain vibrations	*1580, 1600 cm^{-1}	strong	medium
	*1450, 1500 cm^{-1}	medium	medium
	*1000 cm^{-1}	strong/medium	weak
$\delta(\text{CH}_3)$	1380 cm^{-1}	medium	strong
$\delta(\text{CH}_2)$			
$\delta(\text{CH}_3)$ asym	1400 - 1470 cm^{-1}	medium	medium
$\delta(\text{CH}_2)$			
$\delta(\text{CH}_3)$ asym	1400 - 1470 cm^{-1}	medium	medium
$\nu(\text{C-(NO}_2\text{)})$	1340 - 1380 cm^{-1}	strong	medium
$\nu(\text{C-(NO}_2\text{)})$ asym	1530 - 1590 cm^{-1}	medium	strong
$\nu(\text{N=N})$ aromatic	1410 - 1440 cm^{-1}	medium	-
$\nu(\text{N=N})$ aliphatic	1550 - 1580 cm^{-1}	medium	-
$\delta(\text{H}_2\text{O})$	~1640 cm^{-1}	weak broad	strong
$\nu(\text{C=N})$	1610 - 1680 cm^{-1}	strong	medium
$\nu(\text{C=C})$	1500 - 1900 cm^{-1}	strong	weak
$\nu(\text{C=O})$	1680 - 1820 cm^{-1}	medium	strong
$\nu(\text{C}\equiv\text{C})$	2100 - 2250 cm^{-1}	strong	weak
$\nu(\text{C}\equiv\text{N})$	2220 - 2255 cm^{-1}	medium	strong
$\nu(\text{-S-H})$	2550 - 2600 cm^{-1}	strong	weak
$\nu(\text{C-H})$	2800 - 3000 cm^{-1}	strong	strong
$\nu(\text{=C-H})$	3000 - 3100 cm^{-1}	strong	medium
$\nu(\text{=C-H})$	3300 cm^{-1}	weak	strong
$\nu(\text{N-H})$	3300 - 3500 cm^{-1}	medium	medium
$\nu(\text{O-H})$	3100 - 3650 cm^{-1}	weak	strong

Junio de 2019

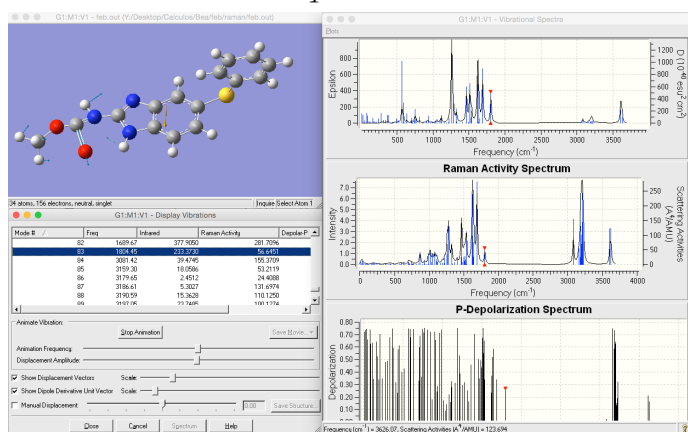
46

5. Métodos Teóricos

▣ Cálculos *ab initio* o *Primeros Principios*

▣ *DFT*

■ *Gaussian*



Junio de 2019

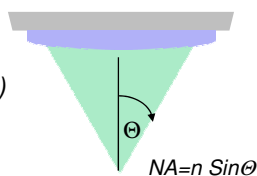
47

5. Microscopia Óptica Clásica

What is the resolution limit of a classical optical microscope?

Ernst Abbé (1840-1905): diffraction theory

$$\Delta x \geq 0,61 \times (\lambda / NA)$$



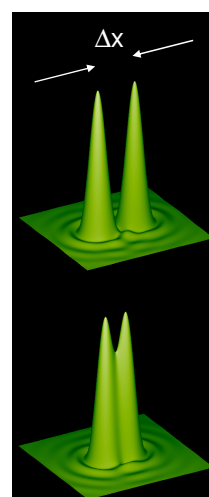
air: $NA \leq 0,95$ (340nm @ 532nm exc.)

water: $NA \leq 1,2$ (270nm @ 532nm exc.)

oil: $NA \leq 1,4$ (230nm @ 532nm exc.)

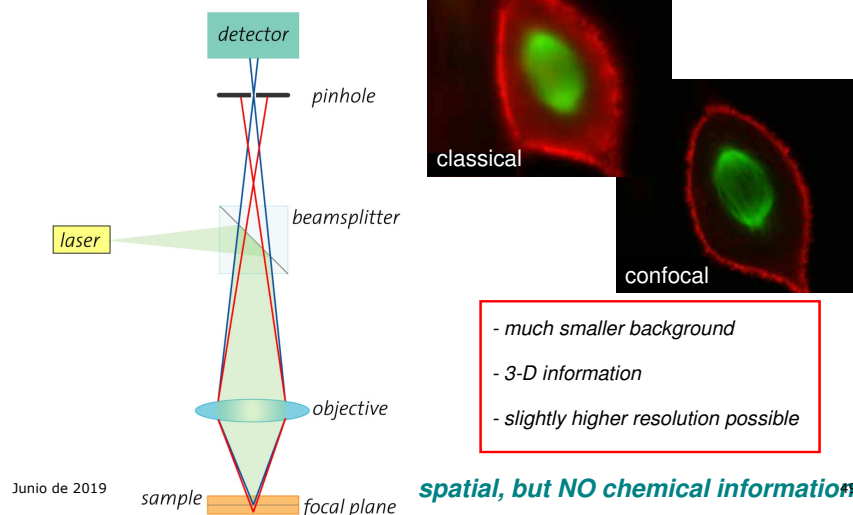
$\text{resolution limit} \approx \lambda / 2$

Junio de 2019



5. Microscopia Confocal

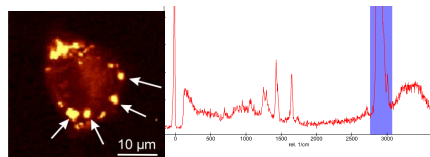
confocal microscopy



5. Microscopio Confocal + Espectroscopia Raman

3-D Imaging with chemical sensitivity

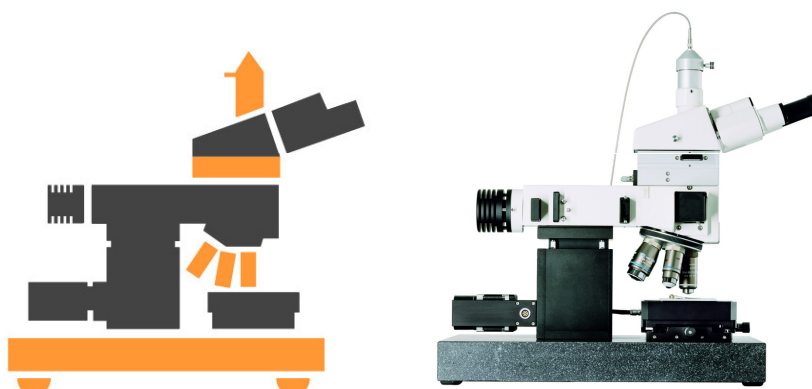
- take a complete Raman spectrum at every image pixel
- extract the relevant information (peak intensity, width, position etc.)
- display this information as image



Parque Científico y Tecnológico de Pando (PCTP) /
 Instituto Polo Tecnológico de Pando (IPTP)
 ANII- Proyecto EQC_X_2012_1_14

50

5. Microscopio Confocal + Espectrómetro Raman

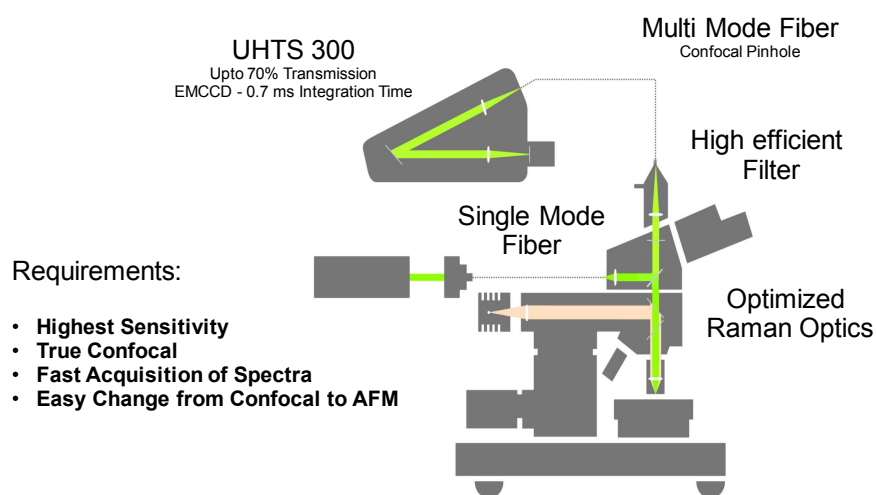


Imaging with chemical sensitivity

Junio de 2019

51

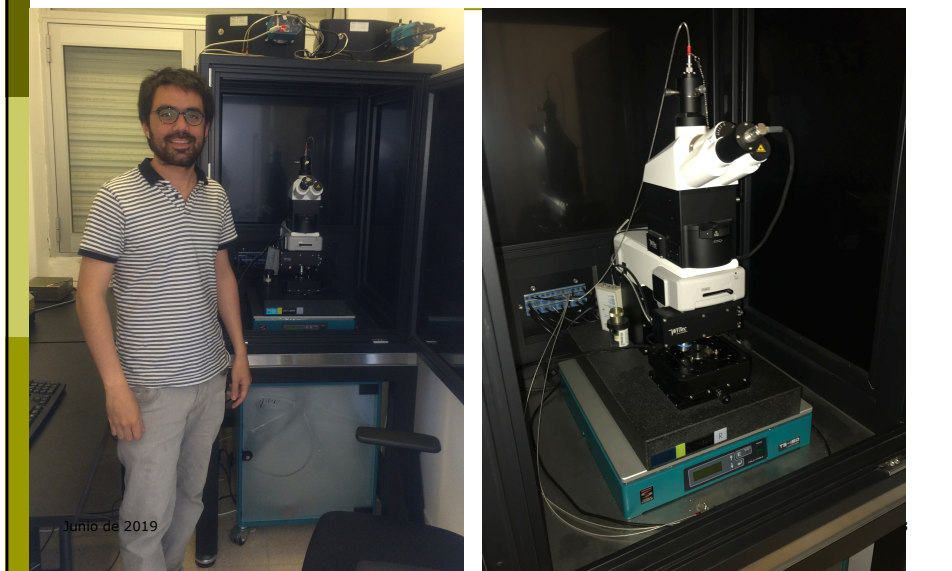
5. Esquema



Junio de 2019

52

5. Disposición



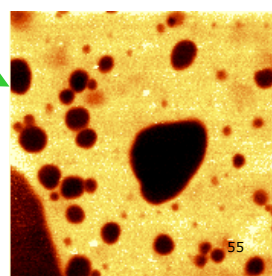
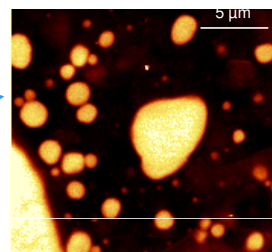
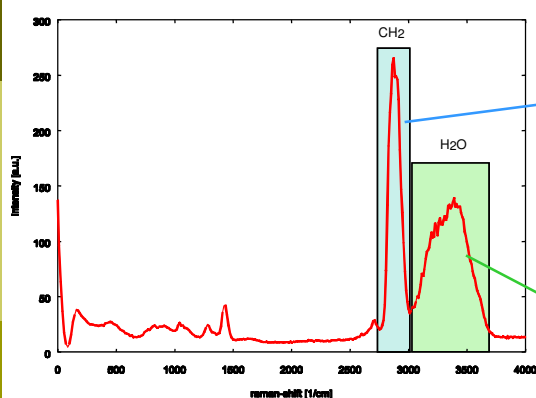
4. Aplicaciones

Microscopia Raman Confocal

Junio de 2019

54

Imagen Raman: dispersión agua-aceite



Body lotion, imaging parameters:

2 mW excitation @ 532nm, 100x oil, NA=1,25

20 x 20 μm, 180 x 180 pixels (= 32400 spectra)

Junio de 2019
50ms/spectrum

Reconstrucción Imagen Raman 3D

Sample: Oil/Water Emulsion

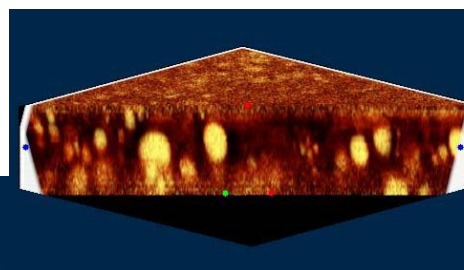
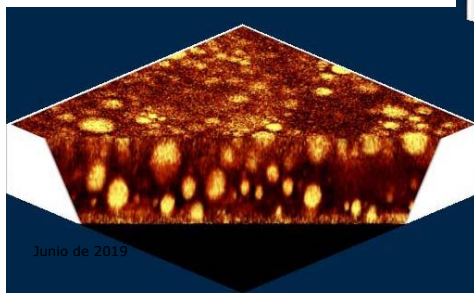
3-D Reconstruction

Evaluated Band: CH-Stretching

Excitation: 532nm

Scan Range XY: 100x100 μm

Scan Range Z: 30 μm/32 layers



Total number of Spectra: 517 500

Total Acquisition Time: 23 min

Junio de 2019

56

Blend PMMA+SBR

Fig. 5: Overview AFM image of a PMMA-SBR blend.

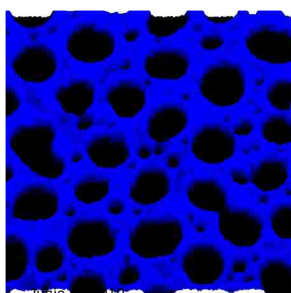
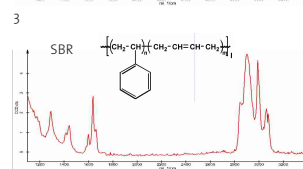
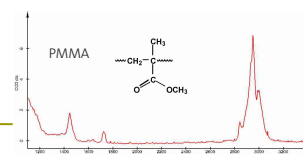
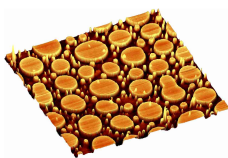


Fig. 9: Color coded Raman image of SBR resulting from the integral intensity of each spectrum.

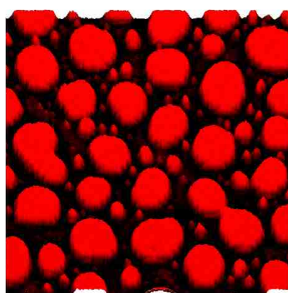


Fig. 10: Color coded Raman image of PMMA resulting from the integral intensity of each spectrum.

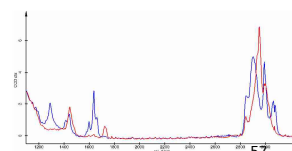


Fig. 11: Corresponding spectra: SBR (blue) and PMMA (red).

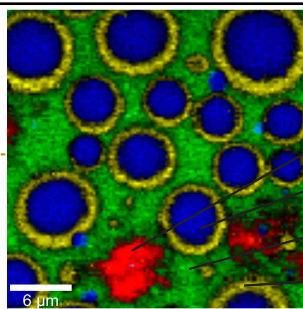


Fig. 2a: Raman Image of an emulsion used in food production. Scan range: 30 μm x 30 μm, 120x120 pixels (=14400 spectra, 532 Nd:Yag Laser for excitation, 100 x oil objective (NA=1.25)). Red + green: fatty matrix, blue: aqueous phase, yellow: emulsifier PGPR

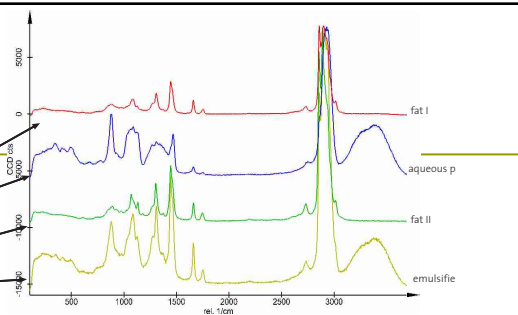
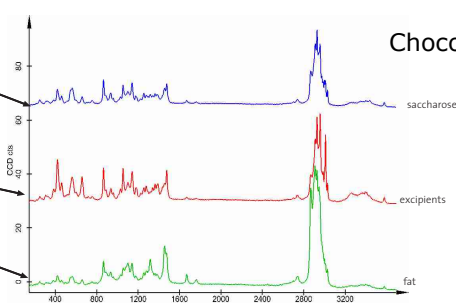
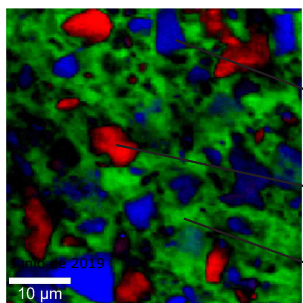


Fig. 2b: Corresponding spectra of the compounds contained within the emulsion.

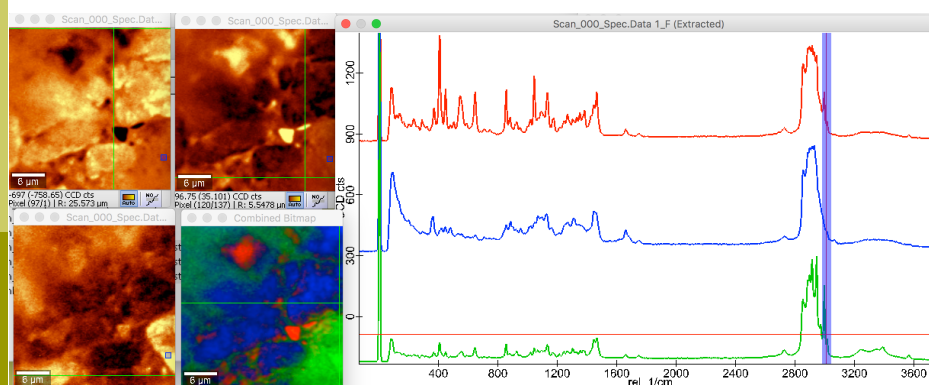


Chocolate blanco

58

Chocolate Blanco (toblerone)

□ Sacharose, Maltose and Fats

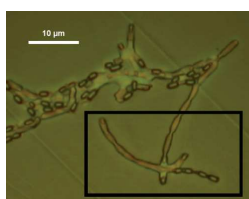


Junio de 2019

59

Células Bacterianas

Characterization and Detection of Metabolic Compounds



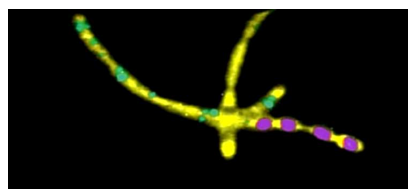
Bacillus Cereus

Three cellular components

Yellow: vegetative cells

Green: incorporation traces of PHB

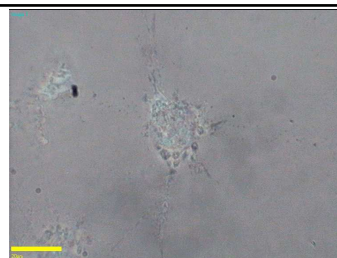
Magenta: spores after stationary growth phase



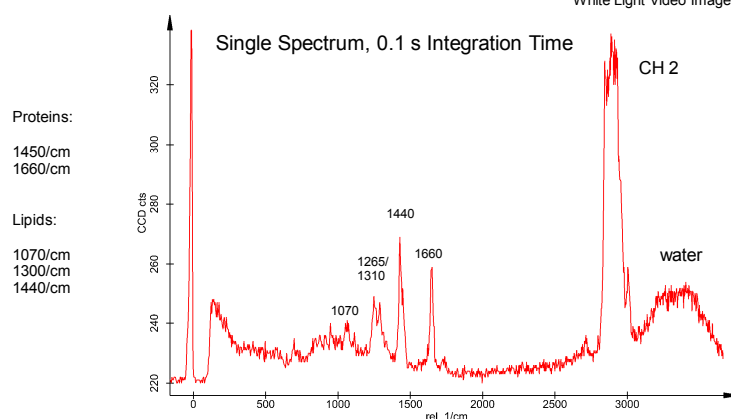
→ Diagnostic power to identifying phenotypic heterogeneity

Courtesy A. Hermelink, RKI, Berlin: Hermelink et al (2009)
The Analyst, 134, 1149-1153

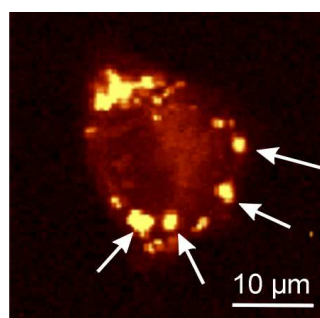
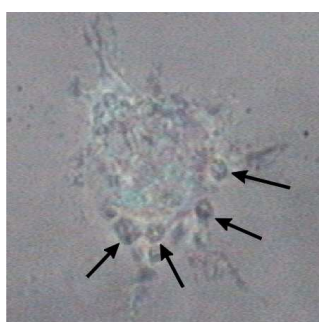
Células Vivas: células epiteliales de Rata



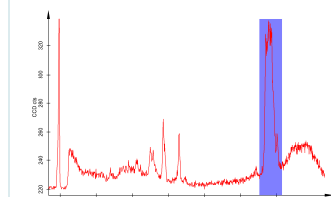
White Light Video Image



Células epiteliales en Buffer

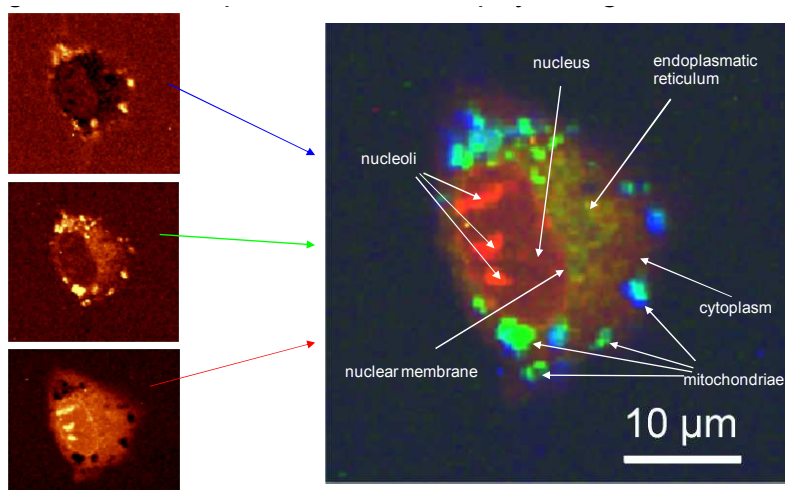


Intensity in the CH 2 stretching band
(2800 - 3000 / cm)

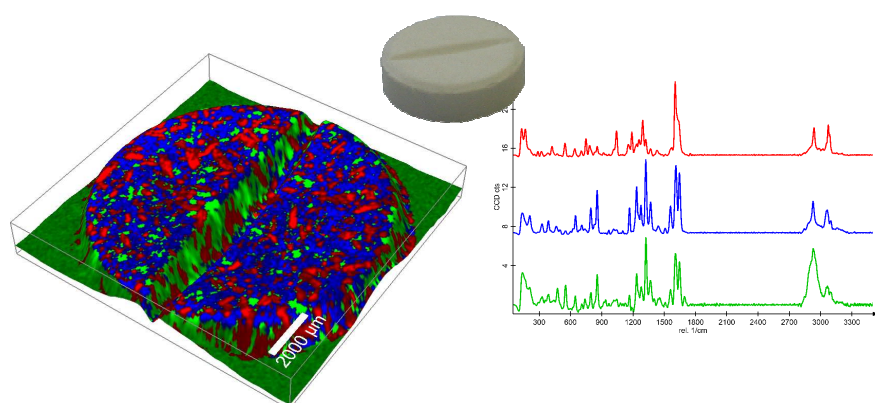


100 x 100 pixel = 10000 spectra
objective: 60x, NA = 1.0 water
532 nm excitation, 5 mW
100 ms / spectrum => 17 min.

Imagen reconstruida



Tabletas: API y Excipientes



Confocal Raman Image overlaid
on the topography

Corresponding Spectra
Red & Blue : API
Green : Excipient

Junio de 2019

64

Experiencias

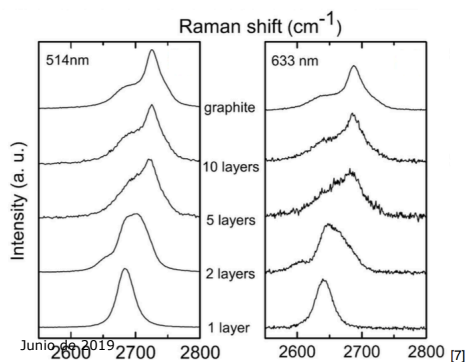
WITec alpha300RA

Junio de 2019

65

Ejemplo 4: Grafeno

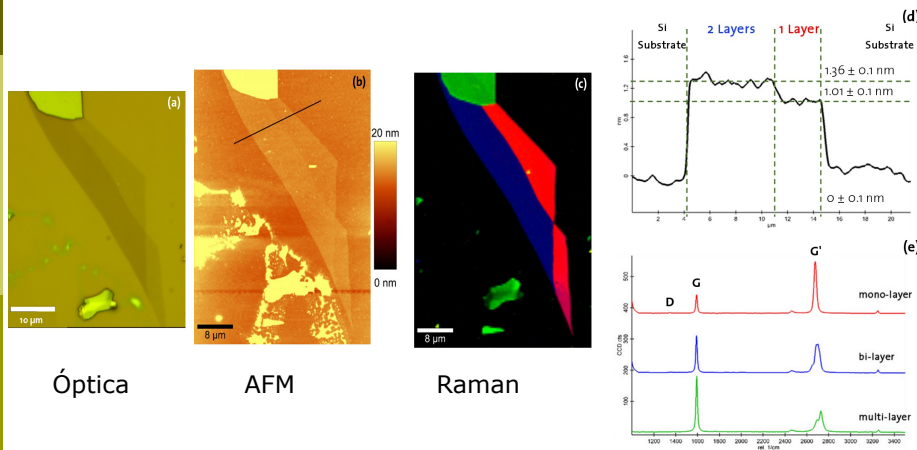
"Position and fwhm of the G and 2D peak(...)confirm presence of single-layer graphene"



- Position of 2D peak depends on number of layers
- Additional layers increase FWHM of 2D peak (more e^- states for resonant scattering)
- Occurrence of peaks at 1350 cm^{-1} (D) and 1620 cm^{-1} (D') reveal defects of graphene sample

66

Ejemplo 4: Grafeno y MLG



Óptica

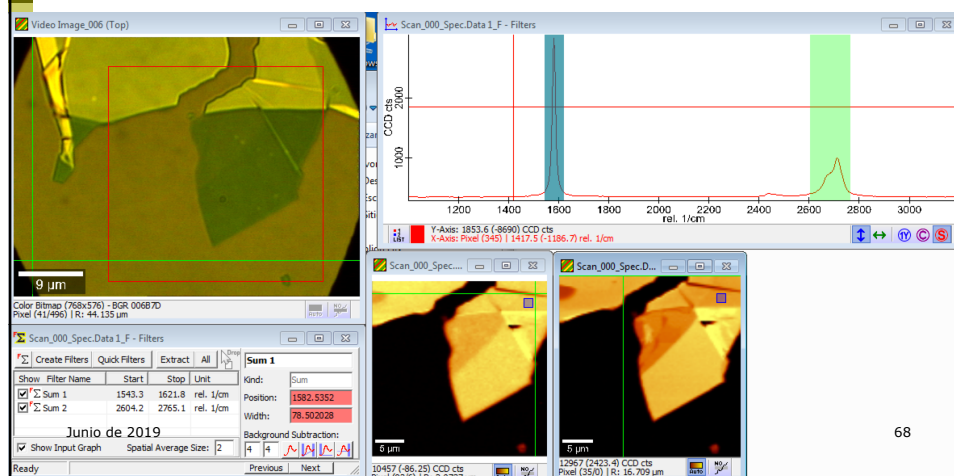
AFM

Raman

Junio de 2019

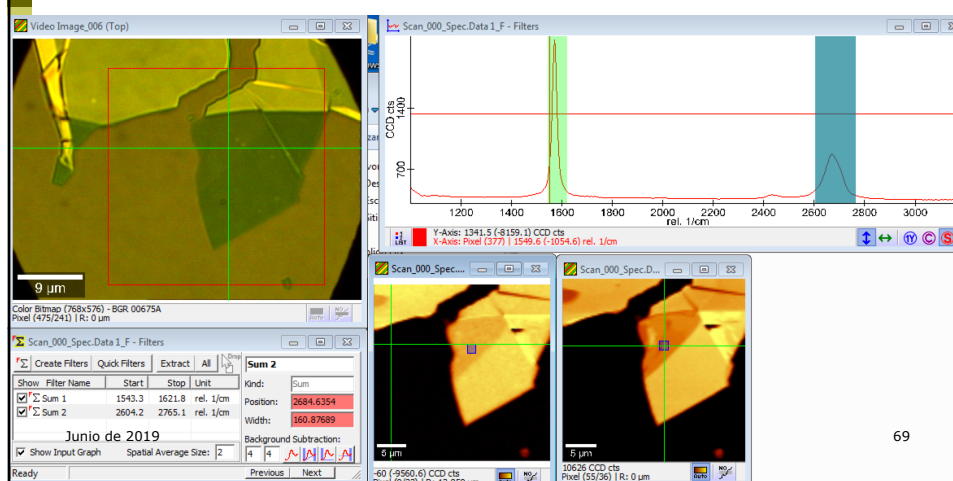
67

Ejemplo 4: Grafeno



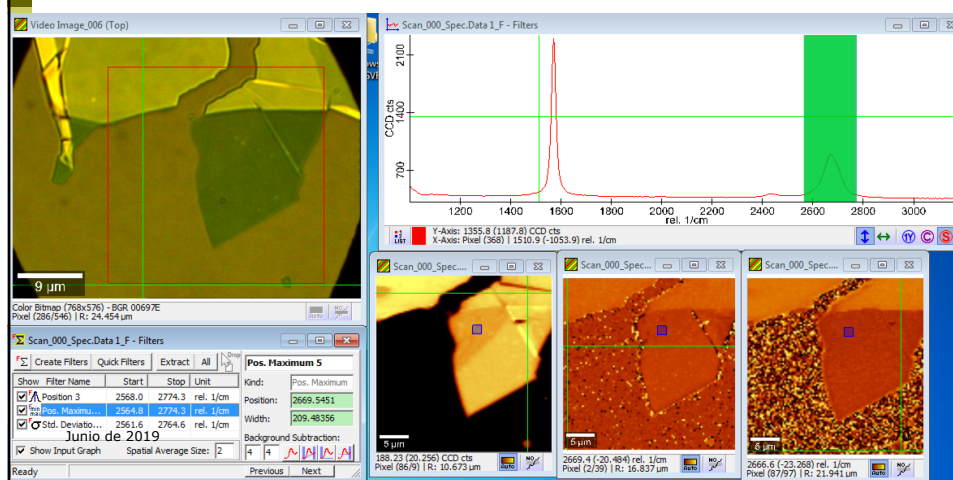
68

Ejemplo 4: Grafeno

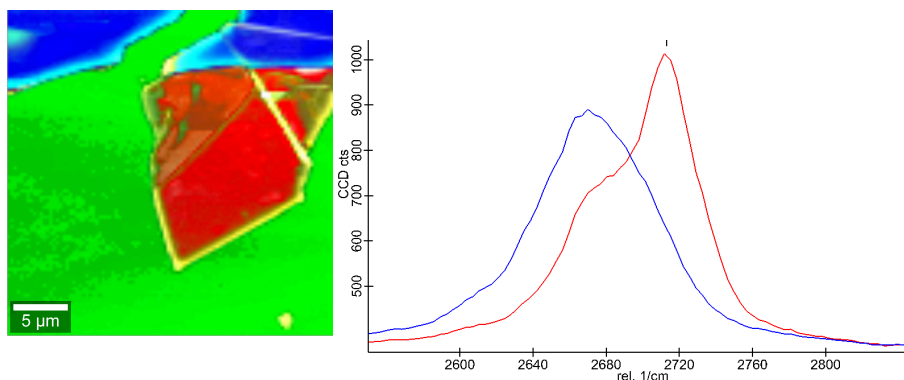


69

Ejemplo 4: Grafeno



Ejemplo 4: Grafeno



Junio de 2019

71

Ejemplo 5: Nanotubos de Carbono

Fig. 5.1 Different carbon allotropes with nanometer-scale phases ranging from 0D C60 fullerenes, 1D carbon nanotubes, 2D graphene, to 3D diamond and graphite

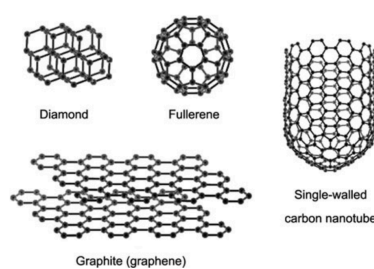
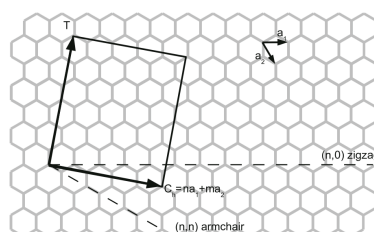


Fig. 5.2 The vector C_h describes how a sheet of graphene is rolled up to create a carbon nanotube [6]

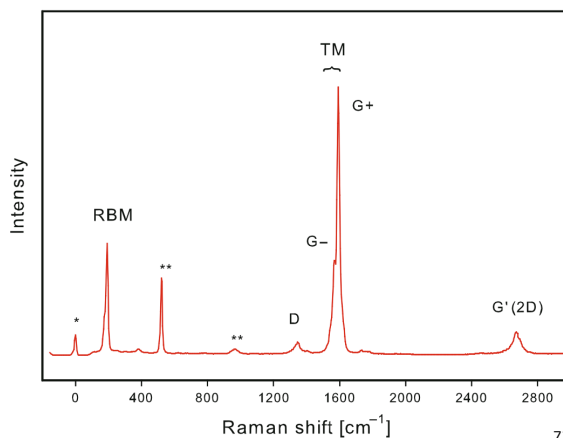


Junio de 2019

72

Ejemplo 5: Nanotubos de Carbono

Fig. 5.3 Typical Raman spectrum of an individual single-walled carbon nanotube recorded with a confocal micro-Raman spectroscope using a green 532 nm laser. The feature marked “*” is the attenuated elastically scattered Rayleigh line. Features marked “**” come from the Si support



Junio de 2019

73

Ejemplo 5: Nanotubos de Carbono

$$\omega_{\text{RBM}} = \frac{c_1}{d_t} + c_2$$

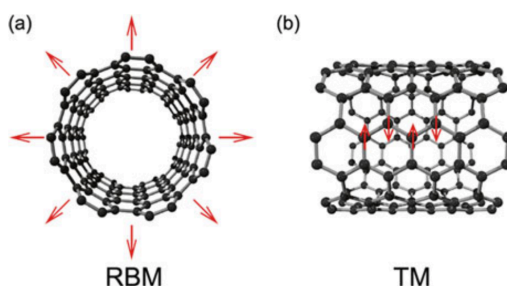


Fig. 5.4 Raman-active vibrational modes of carbon nanotubes. (a) The so-called radial breathing mode (RBM) is a prominent feature of the tubular nanostructure and not present in planar graphite. The Raman shift of the RBM is approximatively inversely proportional to the tube diameter. (b) An example of a tangential mode (TM). In analogy to graphitic Raman modes it is often also called G-mode or high-energy mode (HEM)

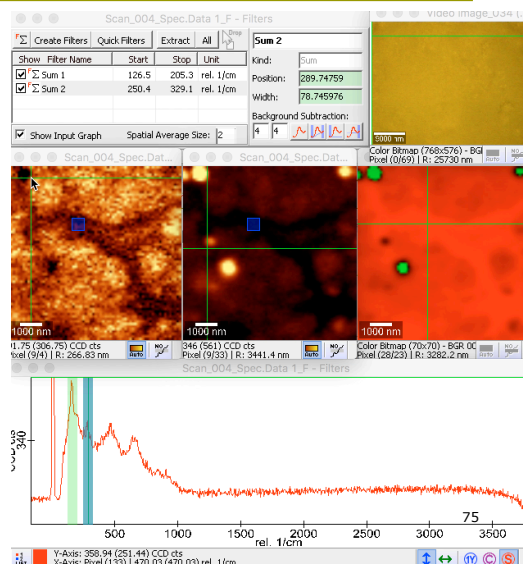
74

Ejemplo 7: Caracterización de NT

Ejemplo de Funcionamiento:

- Muestra de NT calentados a $T=200^{\circ}\text{C}$.
- Presencia de Nanopartículas de Anatasa en muestra de NT.

Junio de 2019

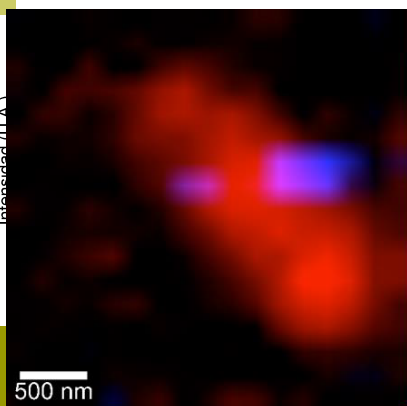
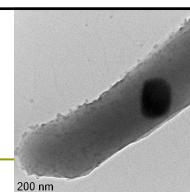


Ejemplo 8: Interacción de Bacterias con Ag-NP

Evaluación de la Interacción PchNPs-Microorganismo.

***Escherichia coli*.**

Microscopía Raman Confocal



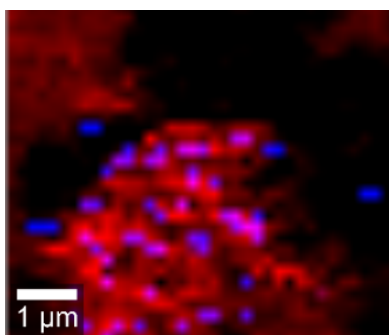
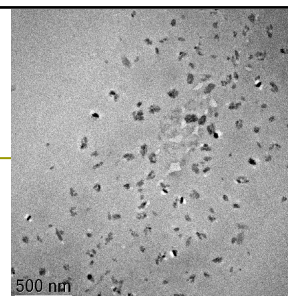
Corrimiento Raman (cm^{-1})	Asignación de bandas	Comparación con células tratadas con PchNPs
624	Ácidos nucleicos	Disminuye
810	Aminoácidos	Disminuye
982	Polisacáridos	Igual
1186	Polisacáridos	Disminuye
1243	Polisacáridos	Disminuye
1308	Aminoácidos o ácidos nucleicos	Disminuye
1344	Aminoácidos o ácidos grasos	Igual
1593	Ácidos grasos	Disminuye

Asignación según De Gelder et al., *J Raman Spectroscopy*, 2007, 38(9), 1133-1147

Ejemplo 8: Interacción de Bacterias con Ag-NP

Evaluación de la Interacción PchNPs-Microorganismo. ***Staphylococcus aureus***.

Microscopía Raman Confocal



Corrimiento Raman (cm ⁻¹) (±4cm ⁻¹)	Asignación de bandas	Comparación con células tratadas con PchNps
663	Ácidos nucleicos	Disminuye
790	Aminoácidos	Disminuye
879	Aminoácidos	Disminuye
929	Polisacáridos	Disminuye
1116	Polisacáridos	Disminuye
1325	Aminoácidos o ácidos nucleicos	Disminuye
1538	Ácidos grasos	Disminuye

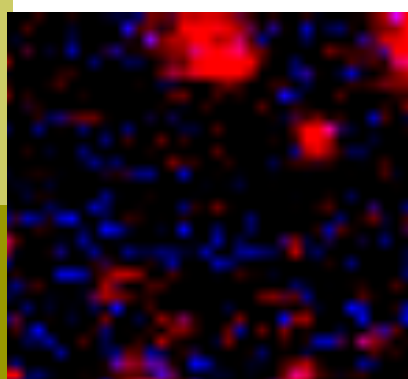
77

Asignación según De Gelder et al., *J Raman Spectroscopy*, 2007, 38(9), 1133-1147

Ejemplo 8: Interacción de Bacterias con Ag-NP

Evaluación de la Interacción PchNPs-Microorganismo. ***Candida albicans***.

Microscopía Raman Confocal



Corrimiento Raman (cm ⁻¹) (±4cm ⁻¹)	Asignación de bandas	Comparación con células tratadas con PchNps
670	Ácidos nucleicos	Disminuye
788	Aminoácidos	Disminuye
885	Aminoácidos	Disminuye
999	Polisacáridos	Disminuye
1100	Polisacáridos	Disminuye
1319	Aminoácidos o ácidos nucleicos	Disminuye
1596	Ácidos grasos	Disminuye

78

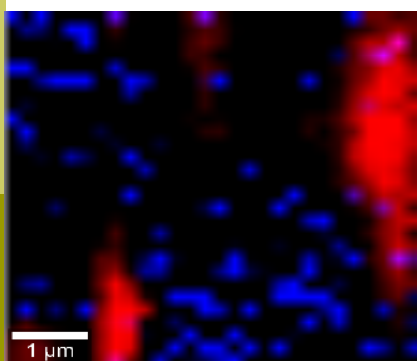
Asignación según De Gelder et al., *J Raman Spectroscopy*, 2007, 38(9), 1133-1147

Ejemplo 8: Interacción de Bacterias con Ag-NP

Evaluación de la Interacción PeNPs-Microorganismo.

Escherichia coli.

Microscopía Raman Confocal



Corrimiento Raman (cm ⁻¹) (±4cm ⁻¹)	Asignación de bandas	Comparación con células tratadas con PeNp
624	Ácidos nucleicos	Desaparece
810	Aminoácidos	Disminuye
982	Polisacáridos	Aumenta
1186	Polisacáridos	Desaparece
1308	Aminoácidos o ácidos nucleicos	Aumenta

79

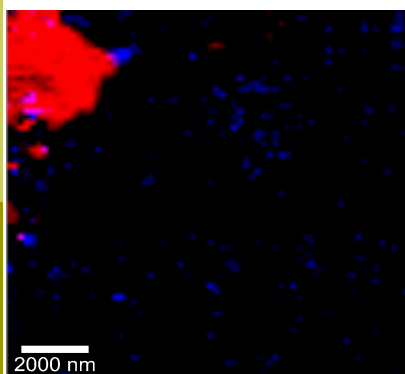
Asignación según De Gelder et al., *J Raman Spectroscopy*, 2007, 38(9), 1133-1147

Ejemplo 8: Interacción de Bacterias con Ag-NP

Evaluación de la Interacción PeNPs-Microorganismo.

Staphylococcus aureus.

Microscopía Raman Confocal



Corrimiento Raman (cm ⁻¹) (±4cm ⁻¹)	Asignación de bandas	Comparación con células tratadas con PeNp
993	Polisacáridos	Disminuye
1092	Polisacáridos	Disminuye
1327	Aminoácidos o ácidos nucleicos	Disminuye
1587	Ácidos grasos	Disminuye

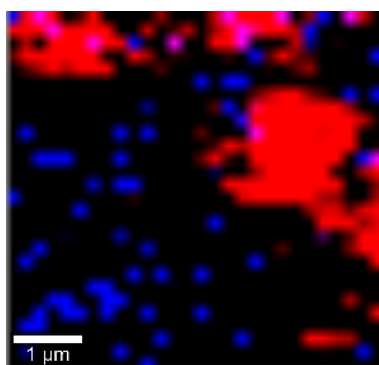
80

Asignación según De Gelder et al., *J Raman Spectroscopy*, 2007, 38(9), 1133-1147

Ejemplo 8: Interacción de Bacterias con Ag-NP

Evaluación de la Interacción PeNPs-Microorganismo. ***Candida albicans***.

Microscopía Raman Confocal



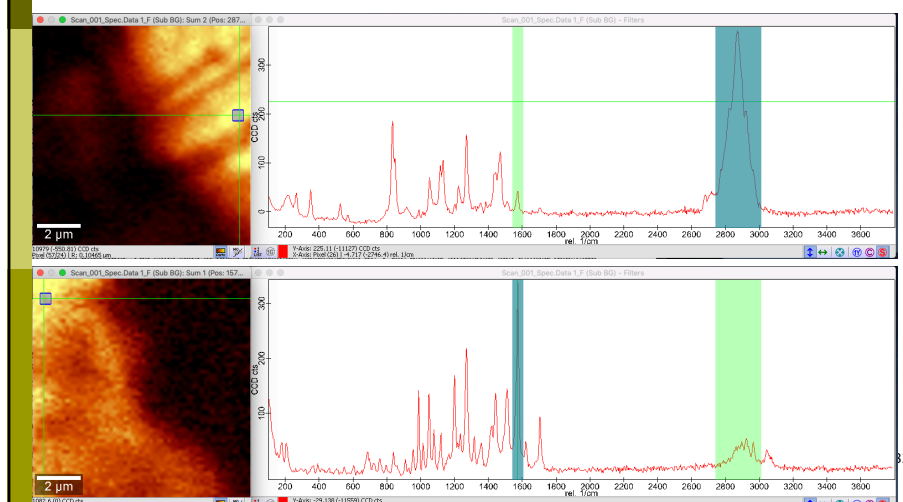
Corrimiento Raman (cm^{-1}) ($\pm 4\text{cm}^{-1}$)	Asignación de bandas	Comparación con células tratadas con PeNP
698	Ácidos nucleicos	Disminuye
750	Aminoácidos	Disminuye
991	Polisacáridos	Igual
1318	Aminoácidos o ácidos nucleicos	Igual
1597	Ácidos grasos	Disminuye

81

Asignación según De Gelder *et al.*, *J Raman Spectroscopy*, 2007, 38(9), 1133-1147

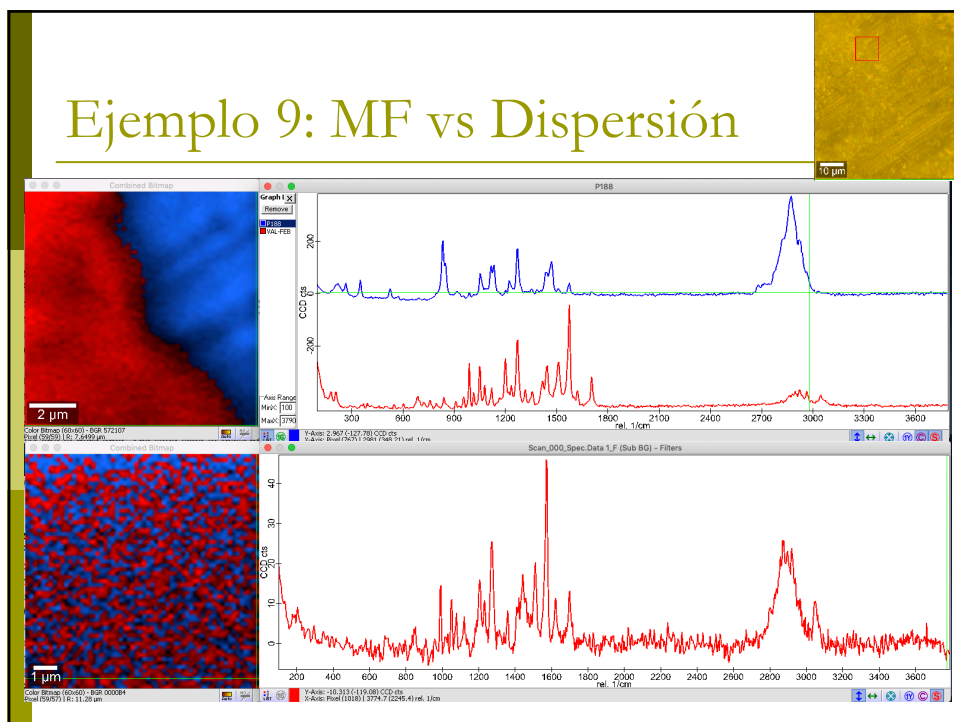
Ejemplo 9: Formulaciones Farmacéuticas

▣ Val-Feb Mezcla Física con P188



82

Ejemplo 9: MF vs Dispersión



Ejemplo 9: MF vs Dispersiones

Journal of Pharmaceutical Innovation
<https://doi.org/10.1007/s12247-017-9306-9>

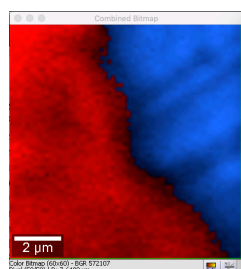
ORIGINAL ARTICLE



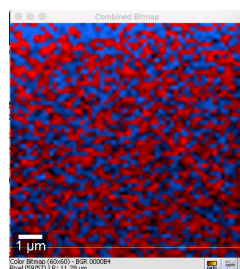
The Impact of Solid Dispersion on Formulation, Using Confocal Micro Raman Spectroscopy as Tool to Probe Distribution of Components

M. Elisa Melian¹ · A. Beatriz Munguía¹ · Ricardo Faccio² · Santiago Palma³ · Laura Domínguez¹

Junio de 2019



MF



Dispersión de NC

84

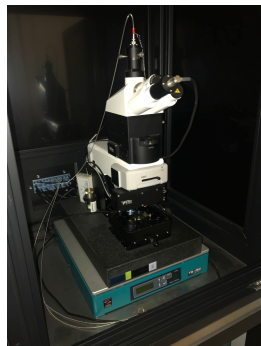
Resumen: Micro Raman Confocal

- ❑ No Destructivo
- ❑ Identificación Química Directa
- ❑ Identificación de Propiedades de Materiales
- ❑ Preparación sencilla de muestra
- ❑ Sólidos y Líquidos
- ❑ Detección 3-dimensional
- ❑ Combinación de detección química con AF

Junio de 2019

85

6. Microscopía de Fuerza Atómica

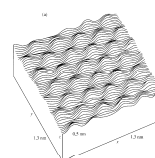
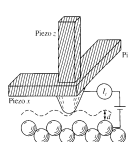


Junio de 2019

86

6. Introducción

□ Historia



Microscopio de efecto túnel (STM)

Microscopio de fuerza atómica (AFM)

Premio Nobel Física 1986



G. Binnig



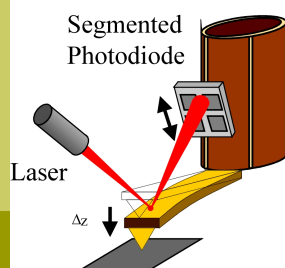
H. Rohrer

Junio de 2019

87

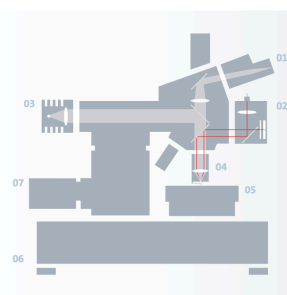
6. Introducción

□ Esquema

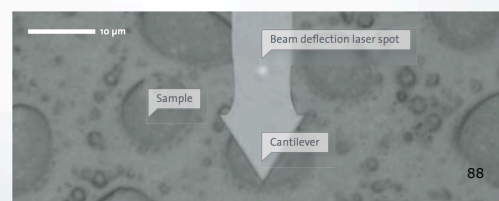


✕ BEAM PATH

- 01 Video camera system
- 02 Beam deflection unit
- 03 LED white light illumination
- 04 AFM objective with cantilever
- 05 Scan-stage
- 06 Active vibration-isolation table
- 07 Z-stage for focusing



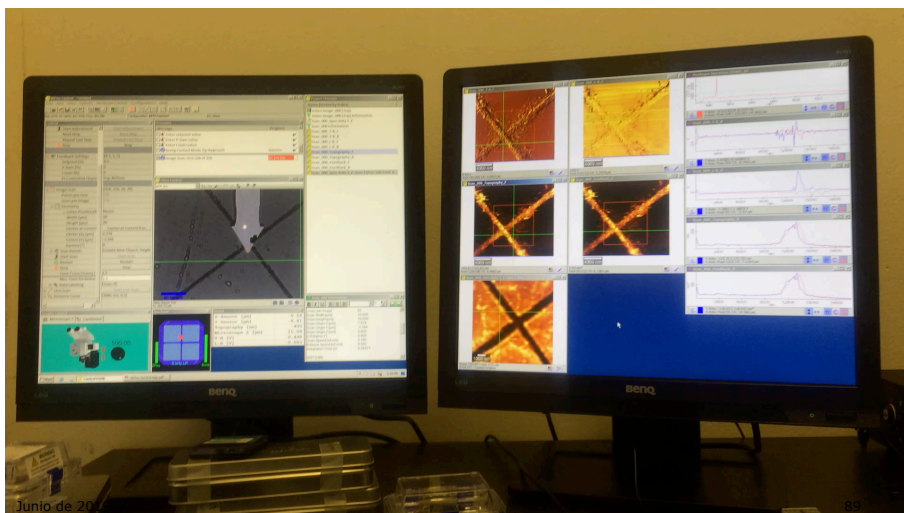
✕ SIMULTANEOUS CANTILEVER AND SAMPLE VIEW



Junio de 2019

88

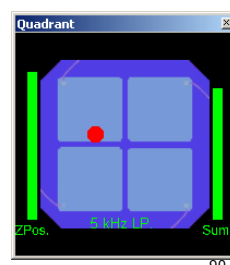
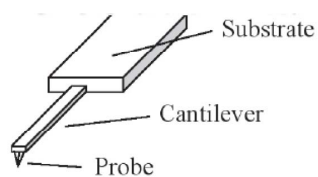
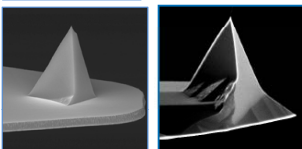
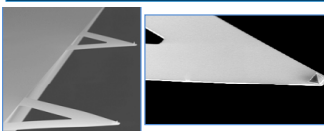
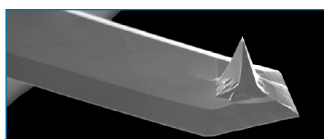
6. Introducción: Raman & AFM Dual



6. Introducción

▣ Partes relevantes:

- Sustrato
- Cantilever
- Probo
- Fotodiodo



Junio de 2019

6. Modos de Medida

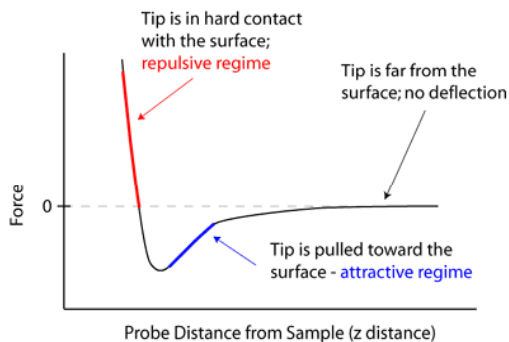
- ❑ Contacto Continuo entre Punta y Muestra
 - Modo Contacto (contact mode)
 - Medida de Fuerzas (Curva de Fuerza)
- ❑ Contacto intermitente entre punta y muestra
 - Contacto Intermitente (Tapping Mode)
 - Contraste de Fase (Phase Contrast mode)
- ❑ Otros Modos:
 - Fuerza Magnética (MFM)
 - Fuerza Eléctrica (EFM)
 - Potencial de Superficie (SPM)
 - Fuerzas Químicas (CPM)

Junio de 2019

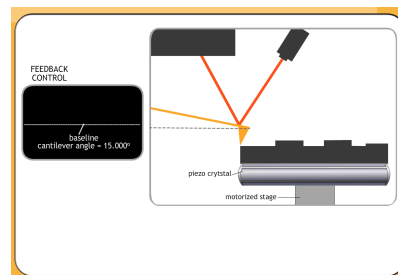
91

6. Modo Contacto

- ❑ Topografía
- ❑ Afectada por la respuesta mecánica del material
- ❑ Permite distinguir zonas con diferente comportamiento mecánico



Junio de 2019

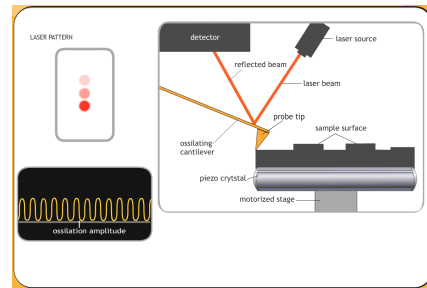
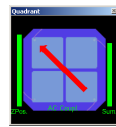
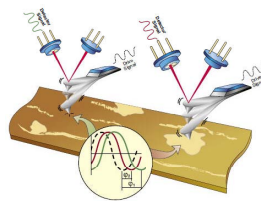


92

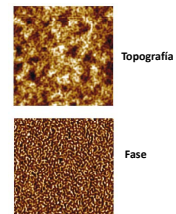
http://virtual.itg.uiuc.edu/training/AFM_tutorial/

6. Modo No Contacto e Intermitente

- Contacto Intermitente (Force Modulation):
 - El cantilever oscila, interaccionando con la muestra
- No Contacto
 - El cantilever oscila, sin Interacción con la Muestra

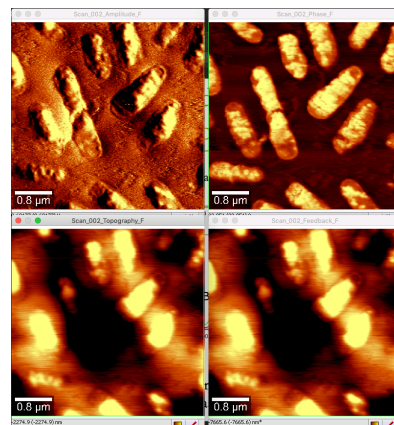


Junio de 2019



6. Modo No Contacto e Intermitente

- Elección del Cantilever:
 - Tapping Mode (Force Modulation):
 - Resonancia: 65-85 kHz
 - Constante $k=2.8 \text{ Nm}^{-1}$
 - Algo de Interacción con la muestra
 - Modo No Contacto
 - Resonancia: 230-300 kHz
 - Constante $k=42 \text{ Nm}^{-1}$
 - Muestras muy "blandas"
 - (ej.: Polímeros, geles, microorganismos, etc). El Objetivo es la Phase Contrast image.
 - Imágenes de Fase:
 - Propiedades Viscoelásticas.
 - Potencial de Adhesión.



Junio de 2019

94

6. Modo No Contacto e Intermitente

- ▣ Selección del Modo de Medida
- ▣ Ajuste del Set-Point:
 - Amplitud amortiguada del tip, debe ser inferior a la de la amplitud libre.
- ▣ Tapping Mode (Intermitente)
 - Set Point ↓
- ▣ Modo No Contacto
 - Set Point ↑

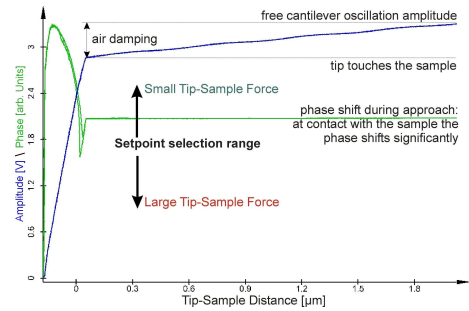
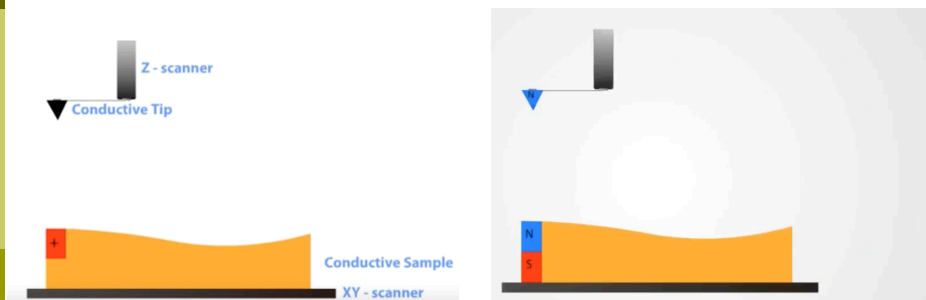


Fig. 1: Phase (green) and Amplitude (blue) as a function of tip→sample distance. The effect of the setpoint selection is also indicated.

Junio de 2019

95

6. EFM & MFM



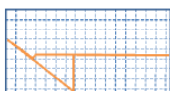
Junio de 2019

96

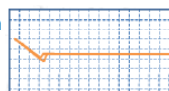
6. Medidas de Fuerza y Adhesión

- La adhesión se determina localmente mediante curvas de Fuerza.
- Topografía mecánico.

Fuerza de adhesión elevadas



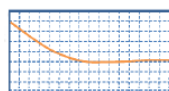
Fuerzas de adhesión pequeñas



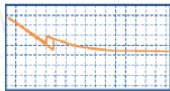
Muestra rígida



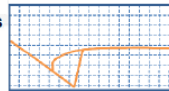
Muestra blanda



Presencia de fuerzas repulsivas de largo alcance



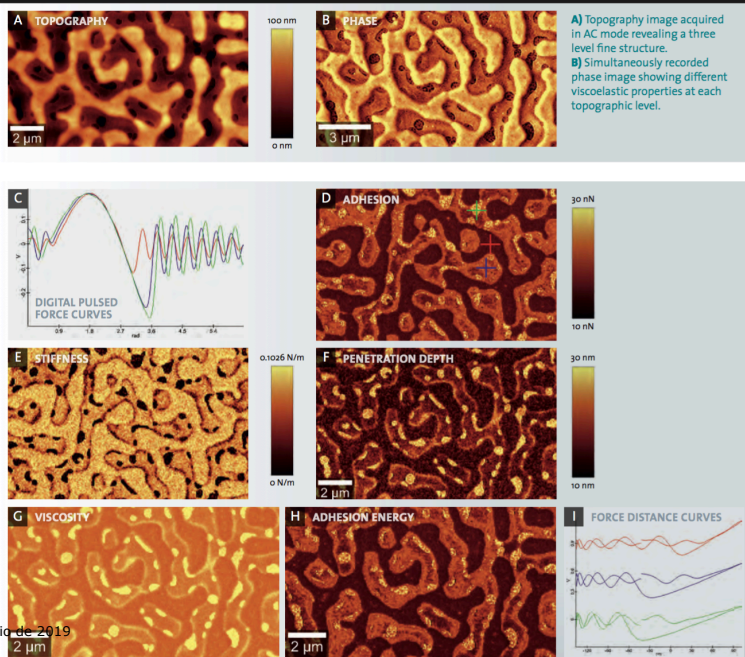
Presencia de fuerzas atractivas de corto alcance



Junio de 2019

97

COMPREHENSIVE AFM-RAMAN STUDY OF A POLYMER BLEND (Polystyrene:Ethyl-Hexyl-Acrylate:Styrene-Butadien-Rubber; 1:1:1)

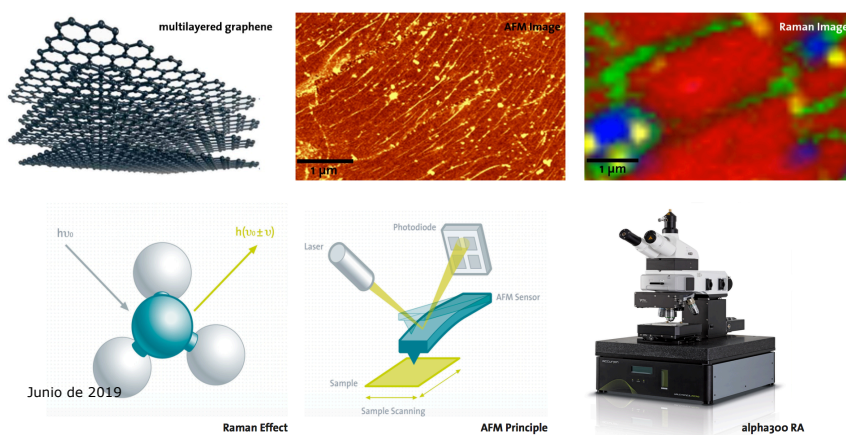


Junio de 2019

98

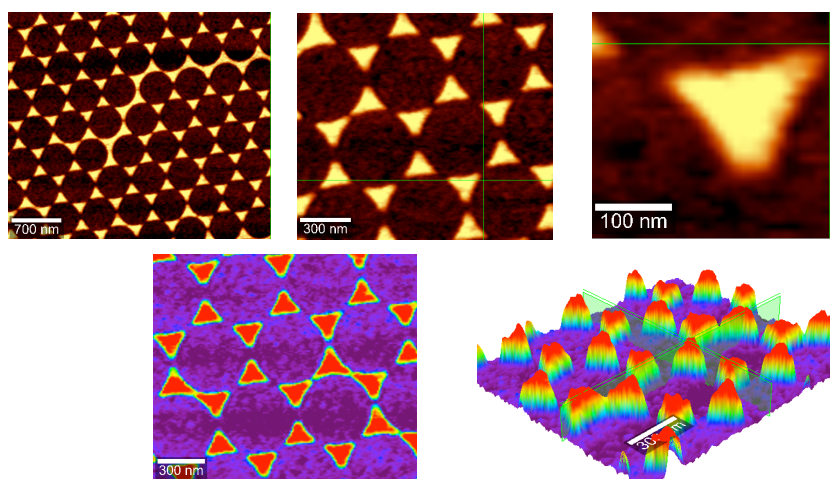
Micro Raman AFM Dual

- Alpha 300R → Alpha 300RA
- FSE_1_2014_1_102008 - ANII



99

6. Ejemplos: Contact mode: Triángulos de Al

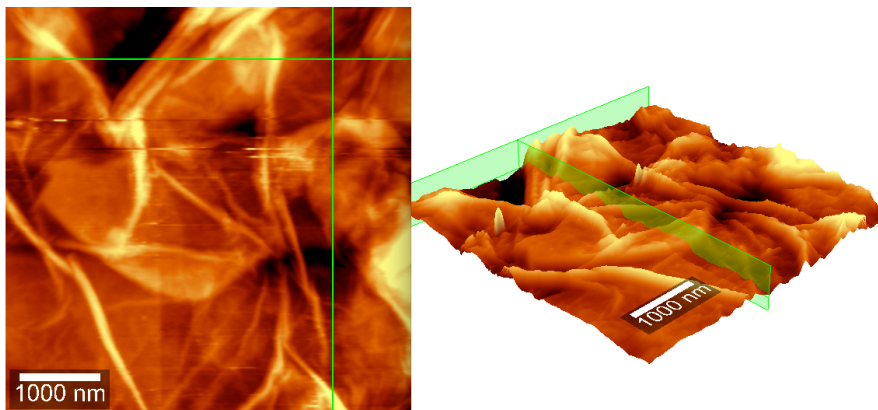


Junio de 2019

100

6. Ejemplos: Modo No Contacto

▣ Reduced Graphene Oxide

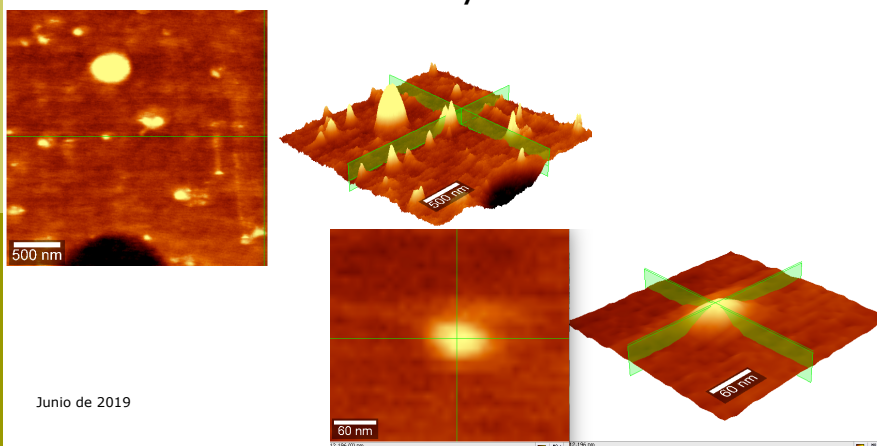


Junio de 2019

101

6. Ejemplos: Modo No Contacto

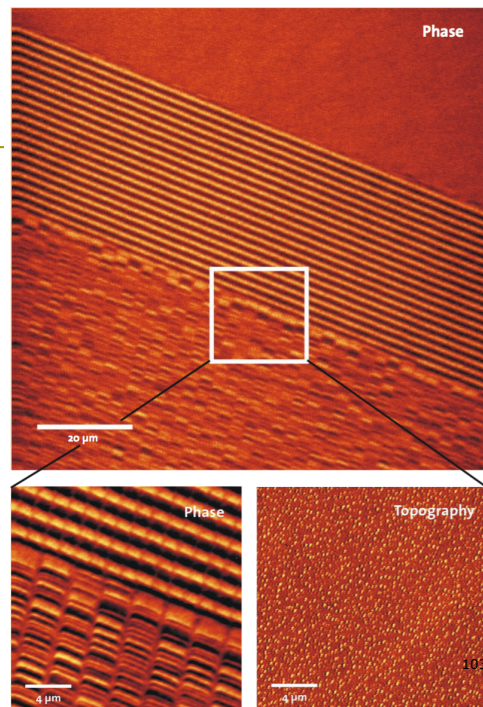
- ▣ GOQD sobre sustrato de silicio
- ▣ 60 nm de diámetro y 13 nm de alto



Junio de 2019

□ MFM

Junio de 2019

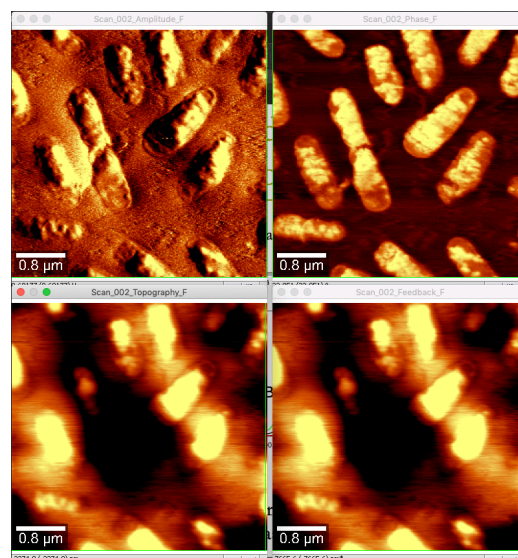


6. Ejemplos: Bacterias con Ag-NP

□ NC AFM

- Amplitud
- Fase
- Topografía
- Feedback

Junio de 2019



6. Resumen: AFM/EFM/MFM

- Diferentes Modos de Medida:
 - *Contacto*
 - *No Contacto e Intermittente (Tapping)*
 - *Liftmode*
- AFM/EFM/MFM
- Topología y Propiedades Físicas:
 - *Dureza*
 - *Viscosidad*
 - *Adhesión*
- Posibilidad de medir en Líquidos

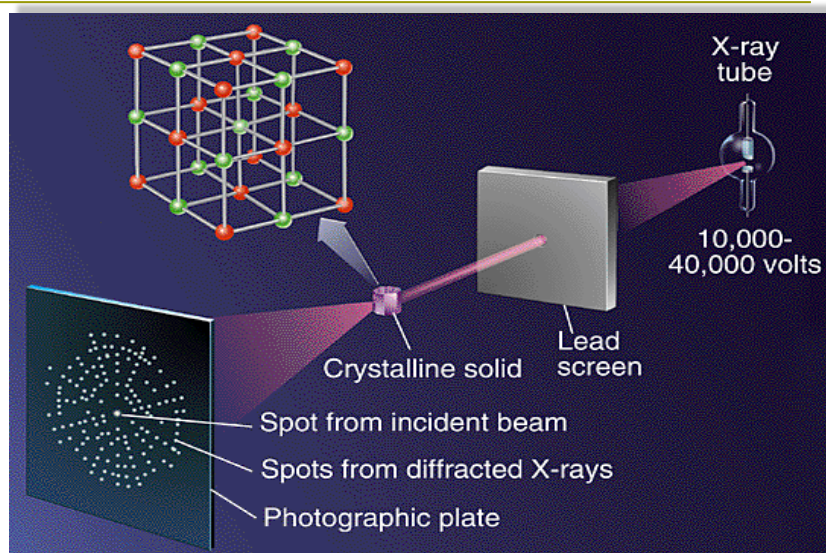
Junio de 2019

105

Difracción de Rayos X



Experimento de Difracción



Difracción de Monocristal

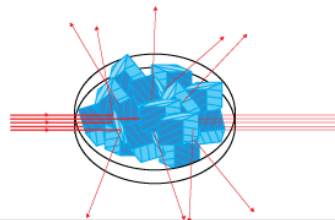


¿Qué es polvo policristalino?

- ▣ Conjunto muy numeroso (infinitos) de cristales microscópicos (infinitesimales) idénticos (esféricos) ordenados aleatoriamente.
 - Ejemplos: Azúcar impalpable, sal fina.
 - La coherencia interna en cada cristal es la propiedad a observar, por lo tanto los metales generalmente son policristalinos.

¿Qué papel juega cada cristal?

- ▣ Cada cristal en el polvo actúa de forma idéntica a un cristal único, generando su propio patrón de difracción.
- ▣ La presencia de infinidad de cristales produce superposición de patrones observándose un nuevo tipo de diagrama.
- ▣ La información contenida en el patrón de difracción es la misma, pero la superposición de muchos cristales.



Difracción de Monocristal



Difracción de Polvo



¿Qué es polvo policristalino?

- Conjunto muy numeroso (infinitos) de cristales microscópicos (infinitesimales) idénticos (esféricos) ordenados aleatoriamente.
 - Ejemplos: Azúcar impalpable, sal fina.
 - La coherencia interna en cada cristal es la propiedad a observar, por lo tanto los metales generalmente son policristalinos.

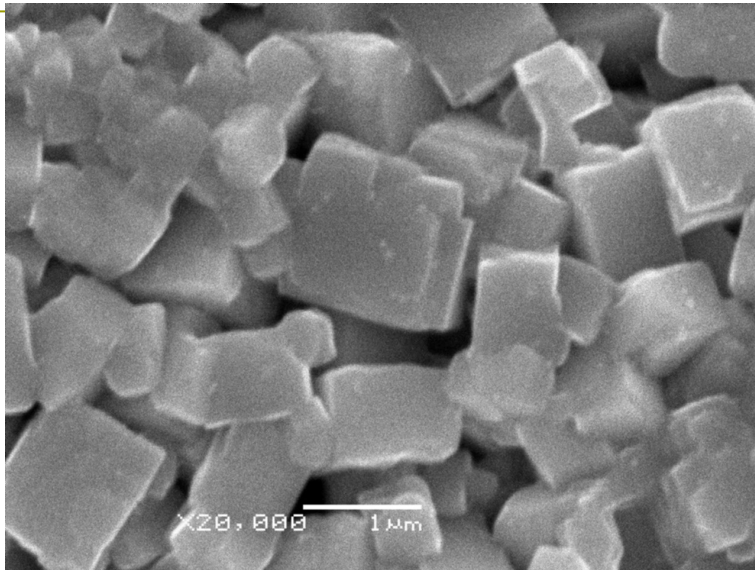
¿Cuántos cristales se necesitan?

- Consideremos que cada reflexión de Bragg tiene un ancho de 1° en θ y que queremos que haya 1 cristal en cada dirección posible del espacio:
 - Preciso 360 cristales para cubrir una dirección del espacio; 360×360 para cubrir dos y 360^3 para cubrirlo todo.
 - El mínimo número de cristales es 46.7×10^6

¿De qué tamaño deben ser?

- Densidad: 5 g/cm³, número: 46.7x10⁶, en 0.1 g de muestra c/cristal debe pesar: 2x10⁻⁸ g. Su volumen será: 4x10⁻⁹ cm³.
- 4x10⁻⁹ cm³ = 4x10³ μm³
- Corresponde a esferas de 10 μm de radio.
- ¿Esto es grande o chico?

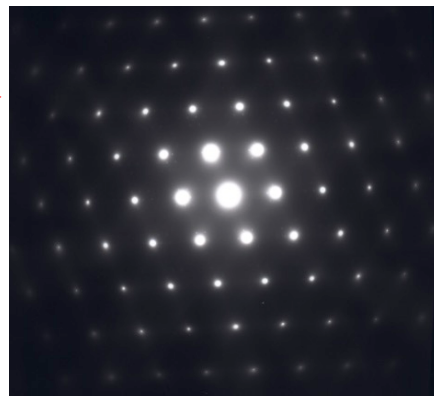
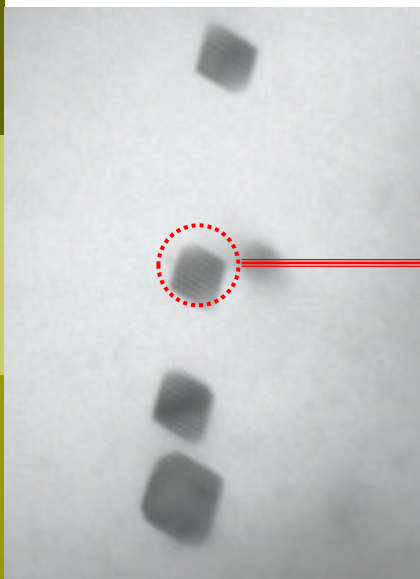
¿De qué tamaño deben ser?

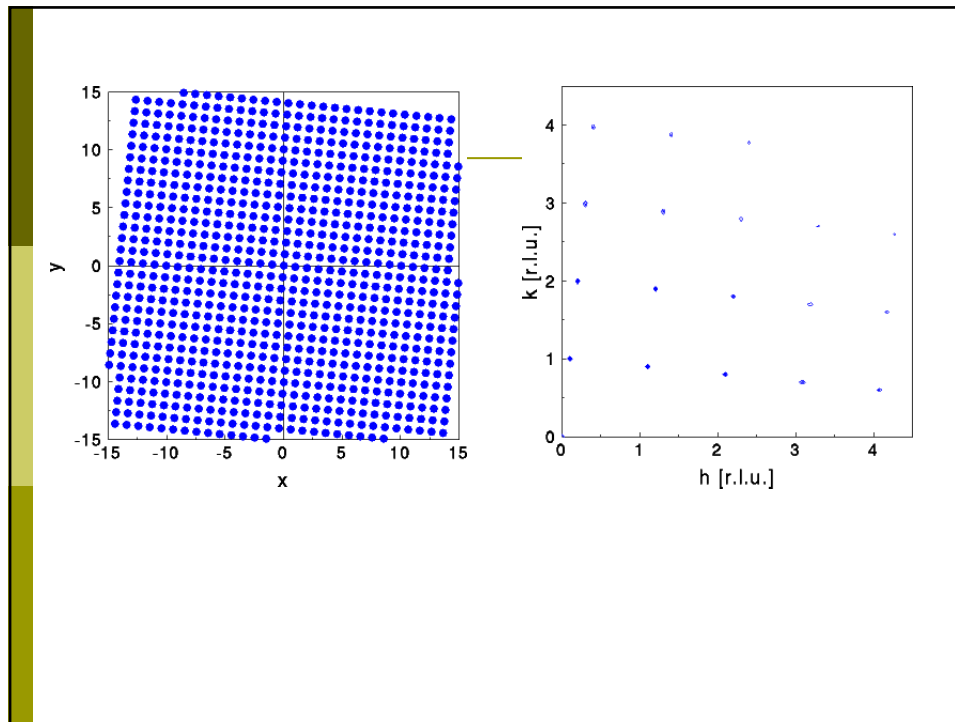


¿Qué papel juega cada cristal?

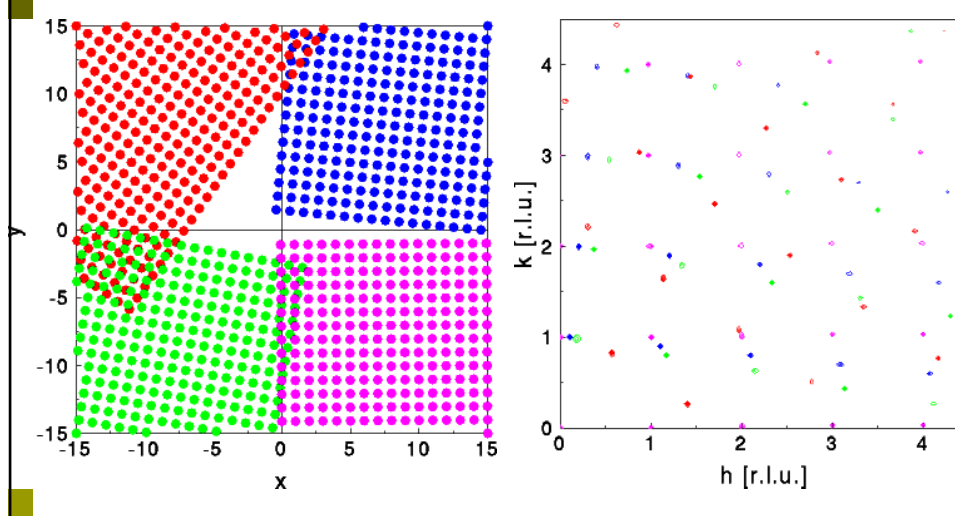
- ▣ Cada cristal en el polvo actúa de forma idéntica a un cristal único, generando su propio patrón de difracción.
- ▣ La presencia de infinidad de cristales produce superposición de patrones observándose un nuevo tipo de diagrama.
- ▣ La información contenida en el patrón de difracción es la misma, pero la superposición de muchos cristales.

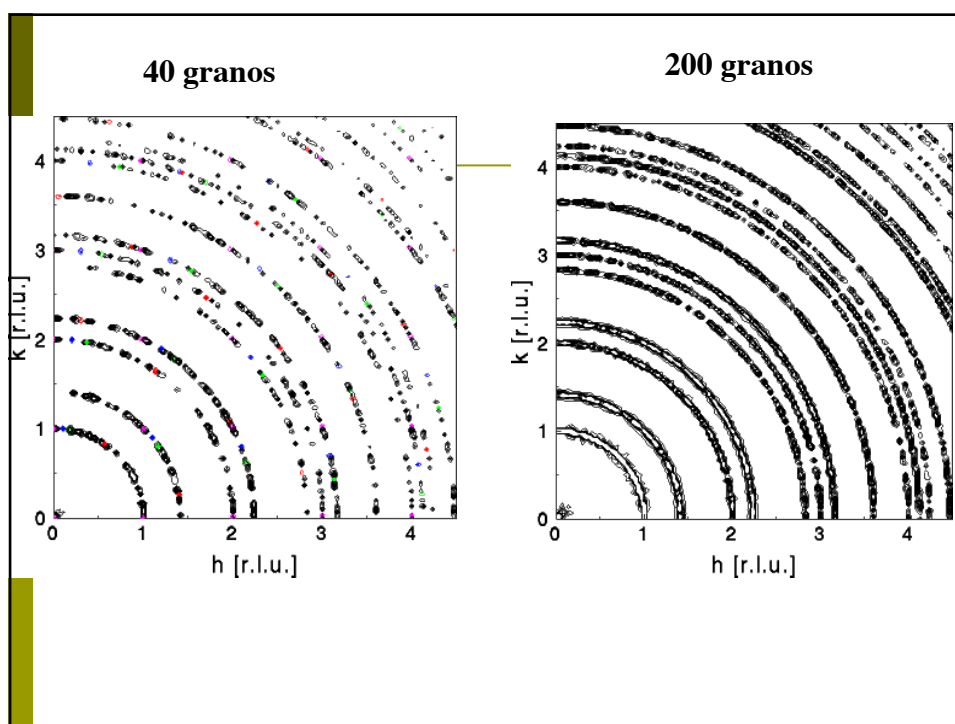
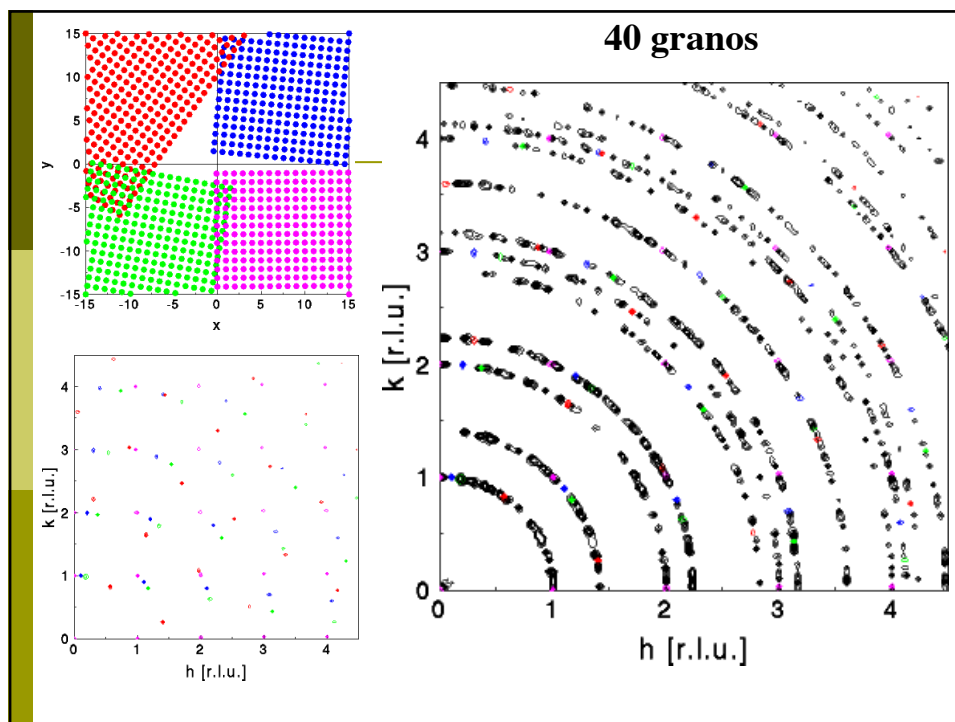
***Cada punto
corresponde a una
familia de planos
distinta del cristal.***



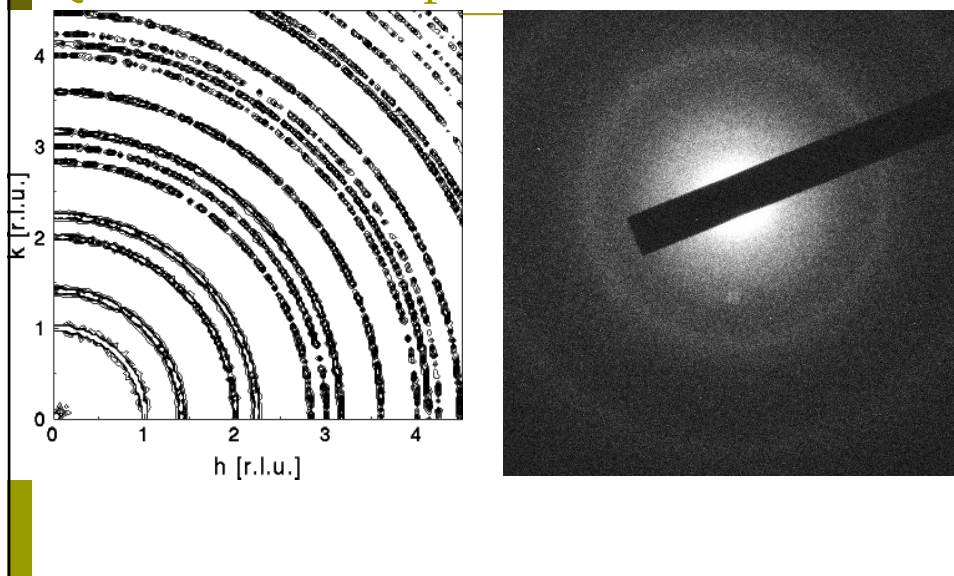


4 cristales con distinta orientación espacial difractando simultáneamente y la representación del diagrama de representación correspondiente. Los colores de los puntos indican a que cristal corresponden.



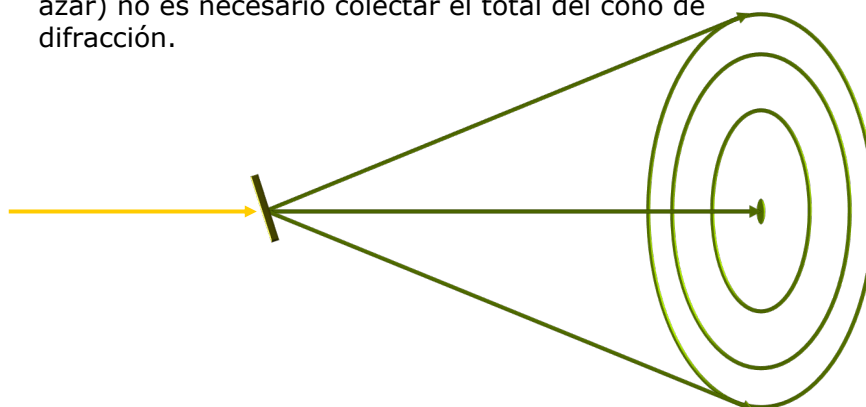


¿Cómo luce un patrón de difracción?



Condiciones para XRPD

- Si el polvo policristalino cumple con todas las condiciones del principio (infinitud de cristales uniformes orientados al azar) no es necesario coleccionar el total del cono de difracción.



Difractómetro: Rigaku Ultima IV



Geometrías de Haz de Rayos X

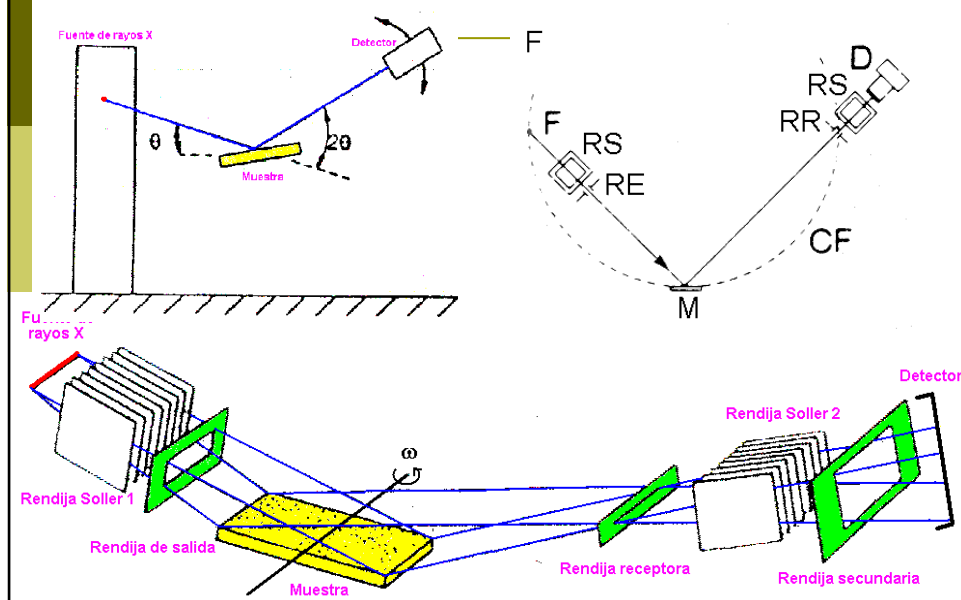
▣ Geometría Para focalizante Bragg-Brentano



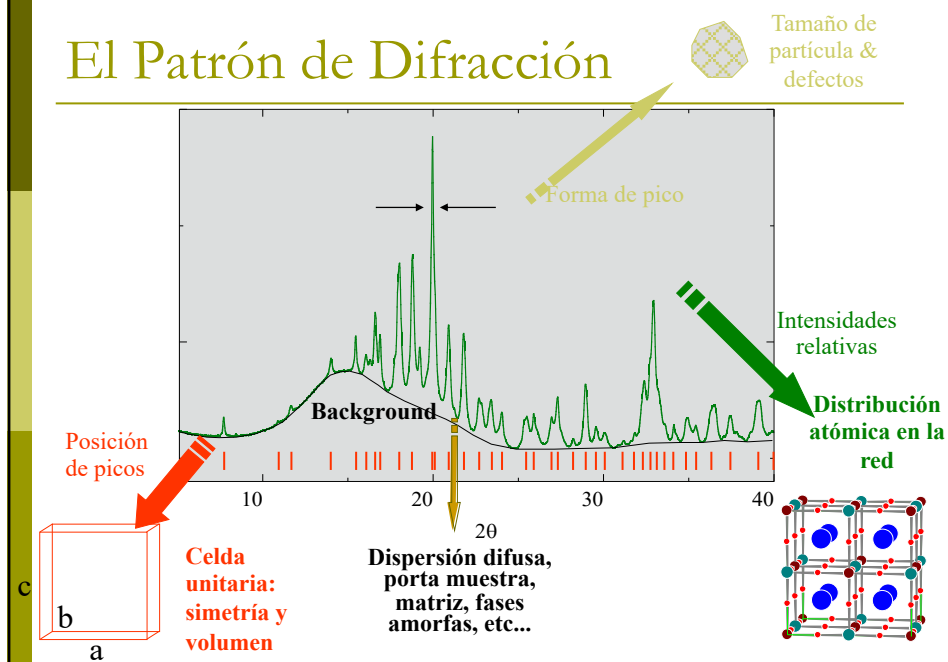
▣ Geometría de Haz paralelo, Cross-Beam-Optics CBO



Geometría Bragg-Brentano o para-focalizante.

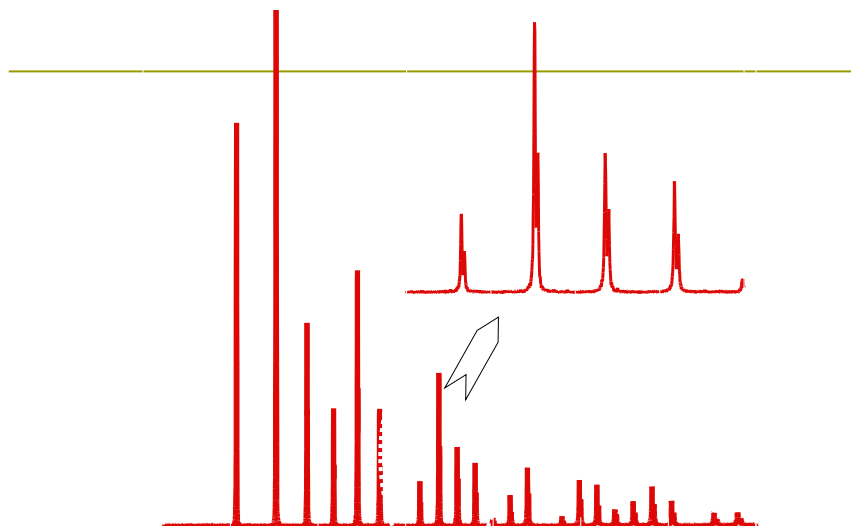


El Patrón de Difracción



Información contenida en un diagrama de difracción de polvo

- Posiciones de los picos
 - Sistema Cristalino
 - Grupo Espacial de Simetría
 - Simetría Traslacional
 - Dimensiones de la celda unidad
 - Información Cualitativa de fases
- Intensidades
 - Contenido de la Celda Unidad
 - Simetría Puntual
 - Fracción cuantitativa de fases
- Forma y ancho de picos
 - Tamaño de cristales (2-200 nm)
 - Tensiones internas no uniformes
 - Presencia de defectos de cristales (fallas de apilamiento, dislocaciones, inclusiones, gradientes de fase, etc.)

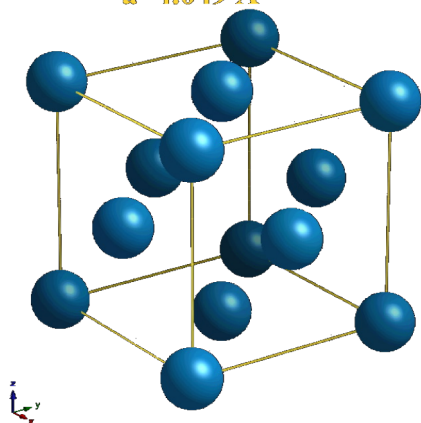


Dimensiones y contenidos de la celda (ejemplo cúbico)

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

$$a = 4.049 \text{ \AA}$$

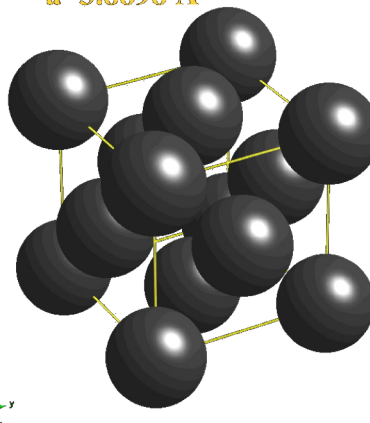
Al



$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$$

$$a = 3.8898 \text{ \AA}$$

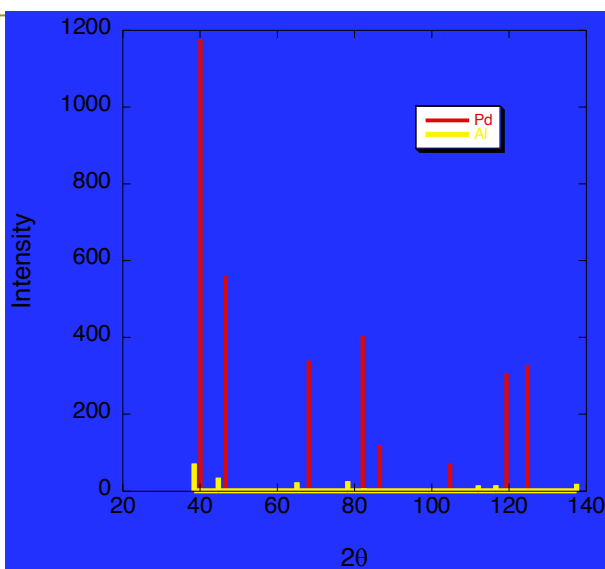
Pd



Dimensiones de la Celda Unidad

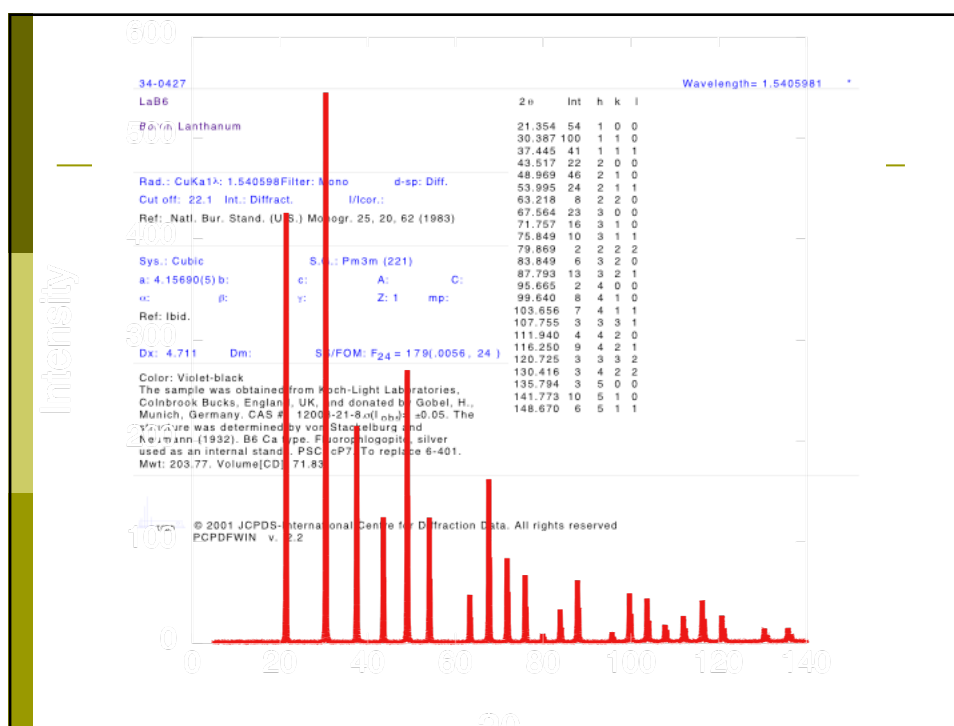
$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$$

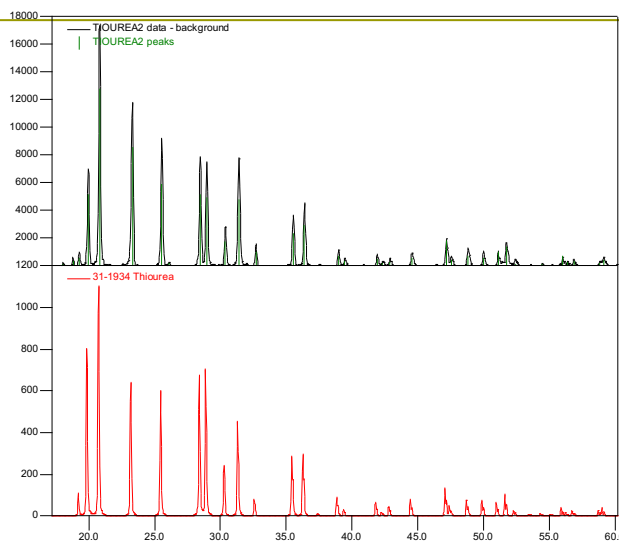


Análisis Cuantitativo

- ❑ El diagrama de difracción de polvo de una fase es "la huella digital del compuesto" y puede ser utilizado para su identificación cuali-cuantitativa.
- ❑ Algoritmos de búsqueda-ajuste son utilizados para comparar diagramas experimentales con otros almacenados en una base de datos (ICDD) de compuestos ya estudiados. $I_{100}/I_{100_corundum}$
- ❑ Puede ser utilizado para mezclas complejas de fases.
 - Standard Interno
 - Full Profile Pattern Refinement: Rietveld Method
- ❑ Puede ser utilizado para identificar polimorfos de un mismo compuesto.



Software: Search-Match



Tarjetas JPCD-ICDD

31-1934 Quality: *

CAS Number: 62-56-6

Molecular Weight: 76.12

Volume[CD]: 360.31

Dx: 1.403 Dm:

Sys: Orthorhombic

Lattice: Primitive

S.G.: Pnma (62)

Cell Parameters:

a 7.664 b 8.559 c 5.492

 α β γ

SS/FOM: F30=76(.0081, 49)

I/cor: 0.91

Rad: CuK α 1

Lambda: 1.540598

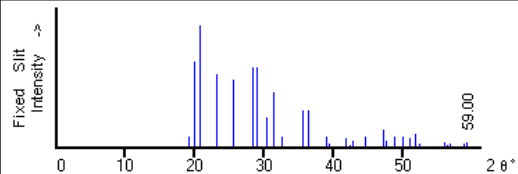
Filter: Graph

d-sp:

CH₄N₂S

Thiourea

Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 17, 83 (1980)



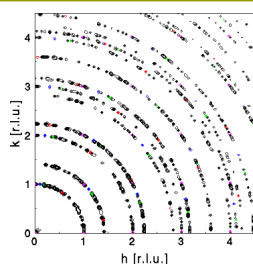
2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
19.196	9	0	1	1	37.361	1	1	3	1	51.611	11	4	1	1
19.846	70	1	0	1	38.836	9	3	0	1	52.271	3	4	2	0
20.737	100	0	2	0	39.348	3	2	3	0	53.429	1	3	2	2
23.181	60	2	0	0	41.786	7	2	1	2	54.288	1	0	4	2
25.443	55	2	1	0	42.215	2	0	4	0	55.062	<1	4	2	1
28.383	65	2	0	1	42.781	5	2	3	1	55.881	4	1	2	3
28.880	65	1	2	1	44.439	8	3	2	1	56.230	2	0	5	1
30.262	25	2	1	1	47.069	14	1	4	1	56.710	3	2	1	3
31.306	45	2	2	0	47.400	5	4	0	0	58.699	3	4	0	2
32.570	8	0	0	2	48.702	9	2	4	0	59.000	4	3	3	2
35.423	30	0	3	1	49.871	8	3	1	2					
36.267	30	1	1	2	50.968	7	0	1	3					

¿Qué sucede en el polvo real?

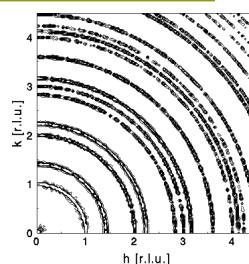
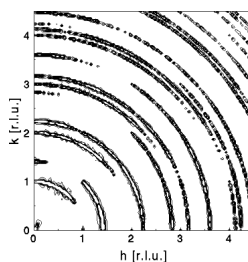
- ▣ Pueden no cumplirse una de las 3 condiciones fundamentales:
 - Orientación aleatoria de los cristales
 - ▣ Orientación Preferencial.
 - Tamaño de cristales entre 1 y 10 μm .
 - ▣ Ensanchamiento por tamaño (size-broadening)
 - ▣ Intensidad falsa de máximos (spikey peaks)
 - Forma regular de los cristales
 - ▣ Ensanchamiento anisotrópico (anisotropic-broad.)

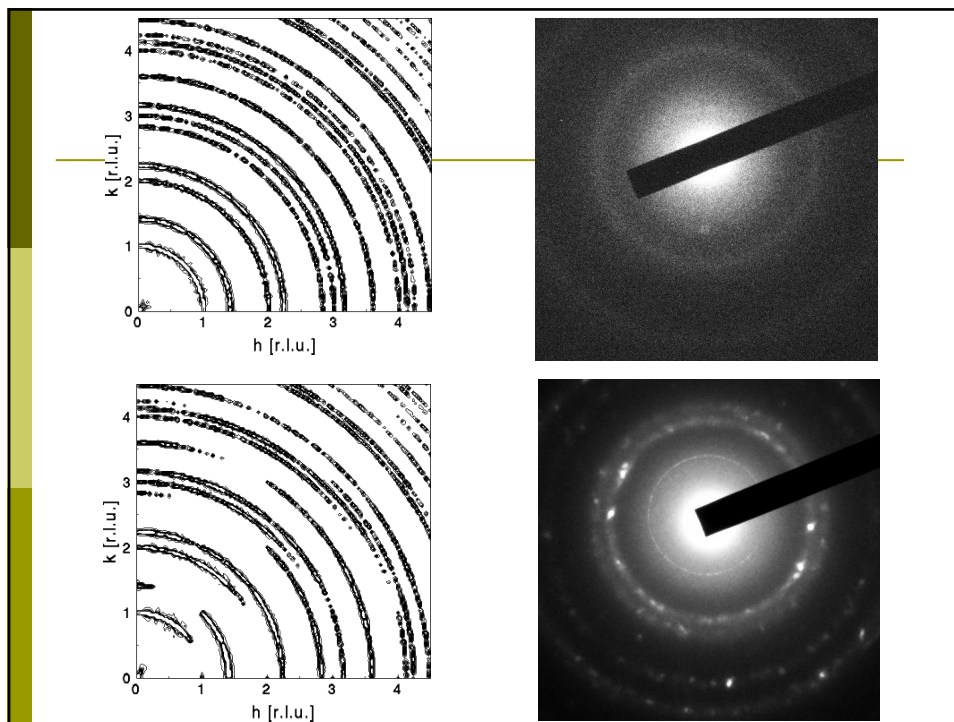
Orientación de Granos

40 grains

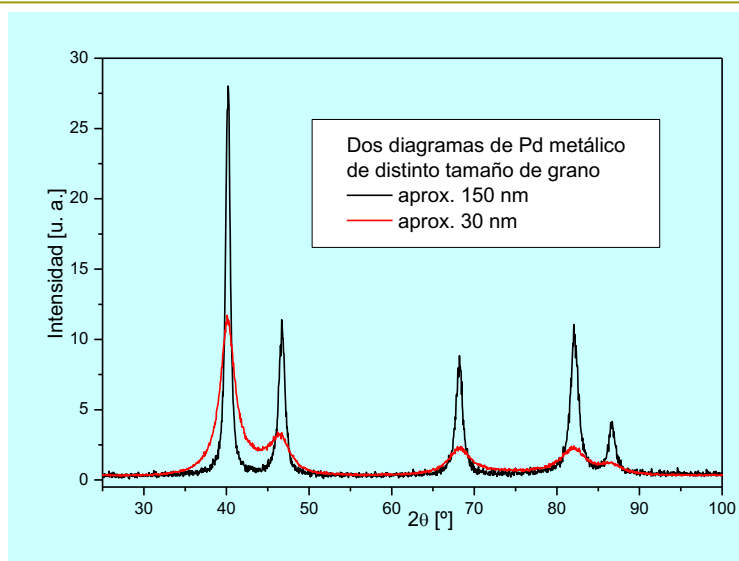


200 grains

200 grains
with preferred orientation



Ensanchamiento por tamaño de cristalita



Esanchamiento: fórmula de Scherrer

- K
 - Constante de valor entre 0.84 y 1
 - β_{hkl}
 - Ancho de pico a media altura (componente Lorentziana)
 - λ
 - Longitud de Onda
 - Validez:
 - distancias inferiores a 200 nm
 - Considerar simetría y superposición de picos
 - Ancho instrumental del equipamiento
 - Considerar ajuste de Rietveld
- $$D_{hkl} = \frac{K\lambda}{\beta_{hkl} \cos \theta_{hkl}}$$

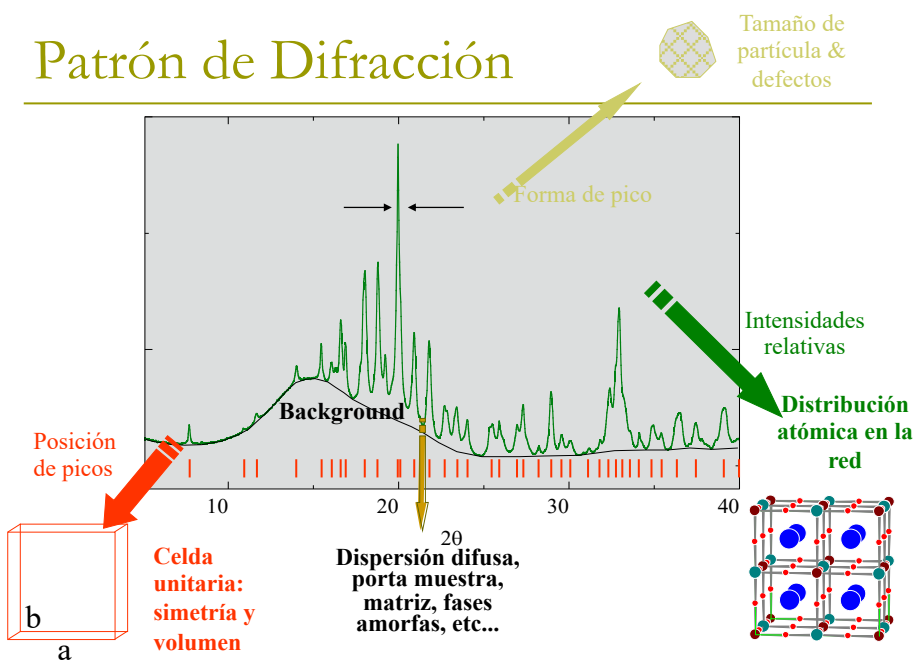
Limitaciones XRPD para la determinación estructural

- La información 3D contenida en los máximos de difracción de un monocristal están condensadas en 1D en XRPD
- Ocurre superposición exacta y casual de máximos lo que complica, la determinación de las intensidades individuales de difracción.
- La simetría cristalina puede no ser visible directamente en un diagrama de difracción.
- Efectos como orientación preferencial, tamaño de grano, ensanchamiento anisotrópico, fallas de apilamiento, u otros pueden impedir la determinación estructural.

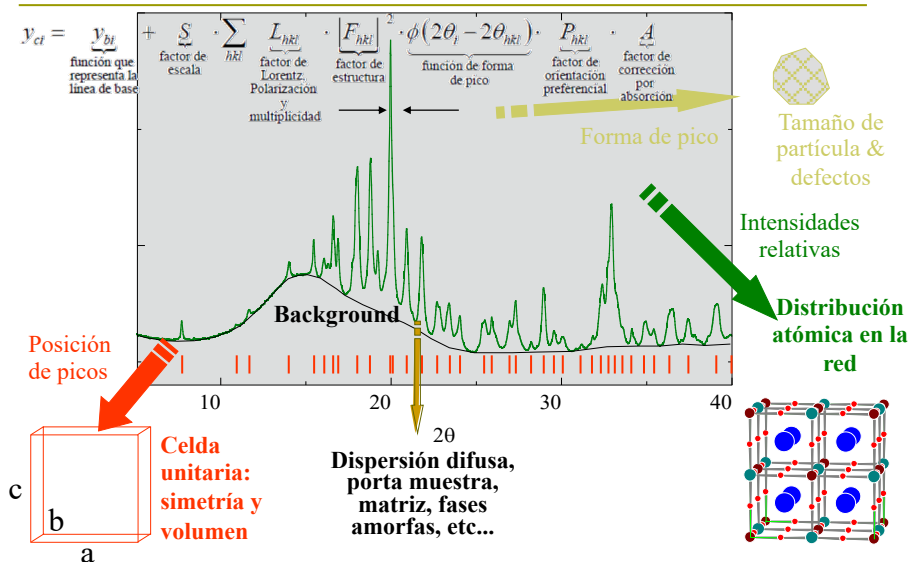
Determinación Estructural

- ▣ Indizar el diagrama de difracción para obtener el sistema cristalino y las dimensiones de la celda unidad.
- ▣ Analizar las extinciones sistemáticas para determinar el Grupo Espacial (o al menos reducir la lista de posibilidades)
- ▣ Realizar un ajuste completo de intensidades "WPPF" para obtener valores precisos de intensidades de los máximos y forma de pico de los mismos.
- ▣ Determinar un modelo inicial adecuado.
- ▣ Completar y ajustar el modelo (posiciones atómicas, factores de ocupación y temperatura, etc) al diagrama de polvo experimental (Rietveld refinement)

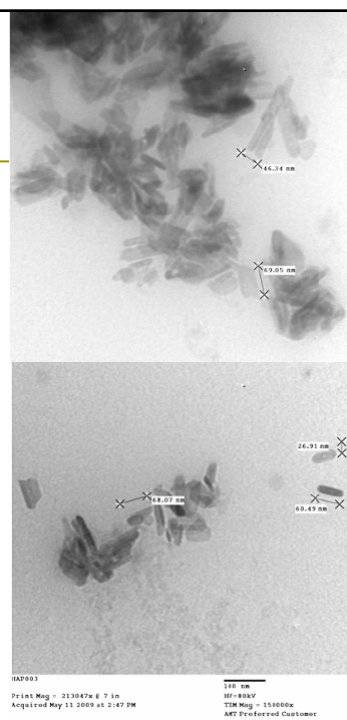
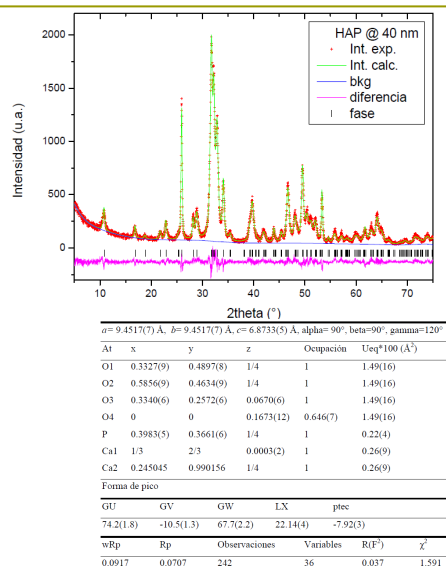
Patrón de Difracción



Otras plicaciones generales:



3. Nano-HAP



Dispersión a Bajo Ángulo (SAXS)

Generalidades

Intensidad de dispersión:

$$I = \phi P(q) S(q)$$

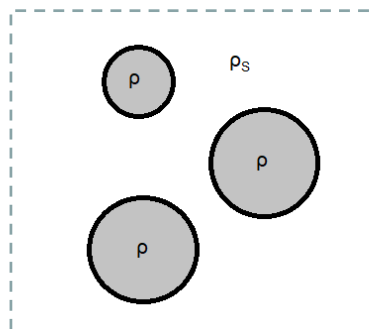
con:

ϕ (fracción en volúmen)

$$P(q) = [\rho(r) - \rho_s]^2 \int |F(qr)|^2 dr \quad (\text{función intrapartícula})$$

$$S(q) = 1 + 4\pi n \int [g(r) - 1] \frac{\sin(qr)}{qr} r dr \quad (\text{función interpartícula})$$

siendo: $g(r)$ (función de distribución de pares)



Dispersión a Bajo Ángulo (SAXS)

Generalidades

$$I = \phi P(q) S(q)$$

Sistemas diluidos:

$$S(q) \sim 1$$

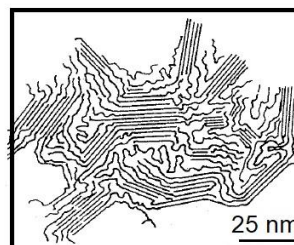
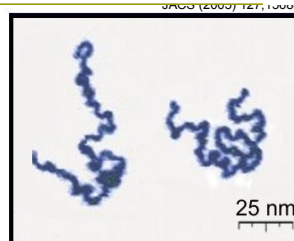
Sin interacciones entre polímeros

Sistemas concentrados:

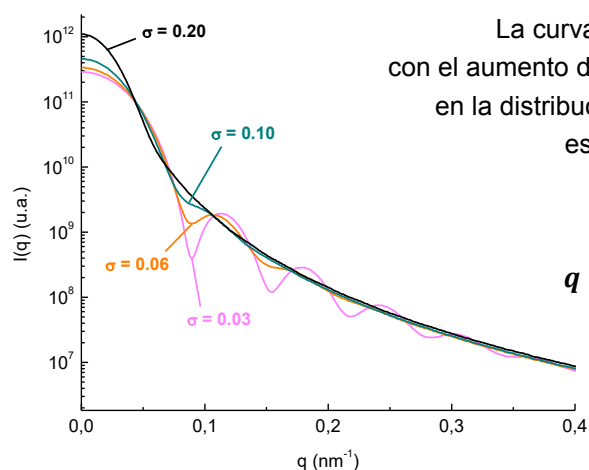
$$S(q) = 1 + 4\pi n \int [g(r) - 1] \frac{\sin(qr)}{qr} r dr$$

Interacciones entre polímeros

Ej: atractivas, repulsivas, etc.



Dispersión a Bajo Ángulo (SAXS)



La curva de SAXS se suaviza con el aumento de la polidispersión (σ) en la distribución de tamaño de los espacios vacíos o fillers

Función de Guinier:

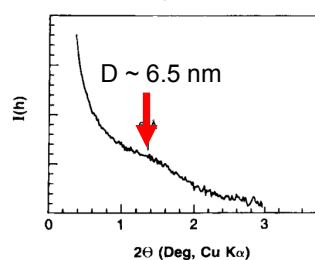
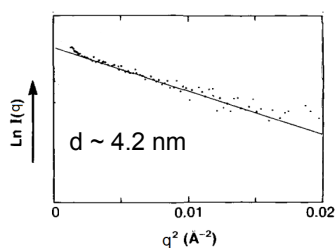
$q \rightarrow 0$ (ej: $q < 0.1 \text{ nm}^{-1}$)

$$I(q) \sim G e^{-\frac{q^2 s^2}{3}}$$

(no interactuantes)

Dispersión a Bajo Ángulo (SAXS)

Estructura laminar



Dominio laminar

$$\ln[I(q)] \sim -\frac{q^2 s^2}{3}$$

Distancia de correlación

$$D = \frac{2\pi}{q_{\max}}$$

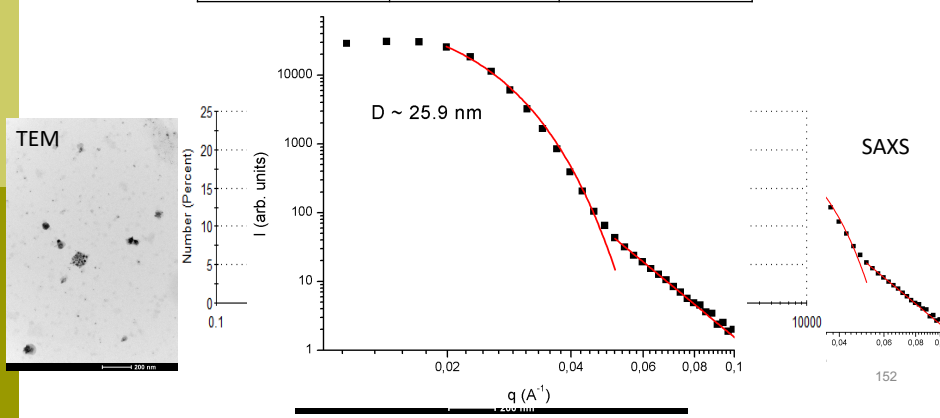


Ejemplo: NPs de Ag por Biosíntesis

Tesis de Doctorado de la B.C.
Belén Estevez

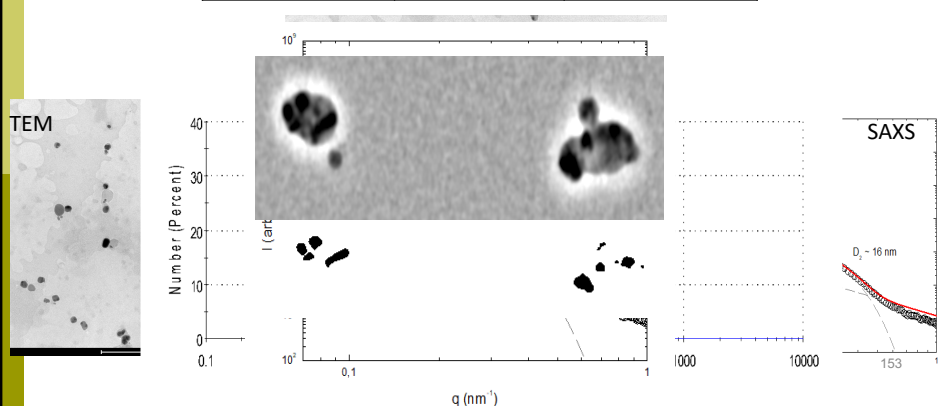
Caracterización de PchNPs: Tamaño

TEM	DLS	SAXS
17(7) nm	43(15) nm PDI: 0,3	26(1) nm



Caracterización de PeNPs: Tamaño

TEM	DLS	SAXS
32(11) nm	16(4) nm PDI: 0,2	16(1) nm 40(1) nm



8. Conclusiones

- ❑ No hay una única técnica para analizar nanomateriales.
- ❑ No hay una única técnica para concluir sobre algún aspecto de la caracterización de nanomateriales.
- ❑ Se trata una tarea compleja, de la cual se debe concluir luego de un análisis amplio y de consenso.



UDELAR
FACULTAD DE
QUÍMICA





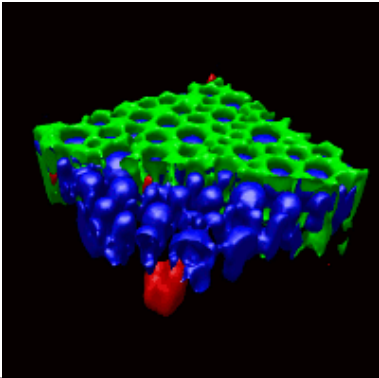
UNIVERSIDAD
DE LA REPÚBLICA
URUGUAY

Gracias



Nano
Mat

Junio de 2019





PCTP
Parque Científico
Tecnológico de Pando



polo tecnológico
química - biotecnología

155