

DESARROLLO Y OPTIMIZACIÓN DE METODOLOGÍAS DE TEM PARA EL ESTUDIO DE (NANO)COMPOSITES POLIMÉRICOS (POLYMTEM)

De la Mata. M., Valencia. L.M., Herrera. M., Molina. S.I.

Equipo de investigación Materiales y Nanotecnología para la Innovación, Instituto IMEYMAT, Universidad de Cádiz.

Dado el interés suscitado por resinas y polímeros en el diseño y desarrollo de nuevos materiales, en especial para su integración como matrices en compuestos poliméricos, es indispensable contar con las herramientas adecuadas para su caracterización. Existen innumerables combinaciones de materiales posibles, donde la composición, morfología y distribución de las fases presentes, entre otros, determinan el comportamiento de los materiales compuestos. Por tanto, el conocimiento en detalle de la microestructura de los materiales permite establecer el nexo entre la síntesis y procesado (causas de la microestructura) y las propiedades del material (consecuencias).

En este contexto, la microscopía electrónica de transmisión (TEM) es una poderosa herramienta de caracterización capaz de ofrecer información estructural y composicional en escalas sub-nanométricas, además de permitir medir numerosas propiedades funcionales (propiedades ópticas, magnéticas, etc.). Sin embargo, la implementa-

ción de la técnica se encuentra limitada por la respuesta de la muestra bajo el haz de electrones, altamente energético, comprometiendo la resolución alcanzable e incluso imposibilitando los análisis para las condiciones habituales de dosis y/o velocidades electrónicas en el caso de materiales “blandos”, como lo son los materiales y compuestos poliméricos.

Este proyecto explora el empleo de herramientas de TEM para la caracterización de materiales compuestos constituidos por matrices poliméricas, mediante la evaluación del daño inducido durante la implementación de diversas técnicas. De este modo, se pretende establecer las condiciones experimentales de trabajo que permitan optimizar el compromiso entre el daño en el espécimen y la relación-sígnal ruido, sentando las bases del desarrollo futuro de metodologías y experimentos dedicados. Algunos ejemplos de cómo la muestra puede degradarse bajo el haz de electrones están recogidos en la Figura 1.

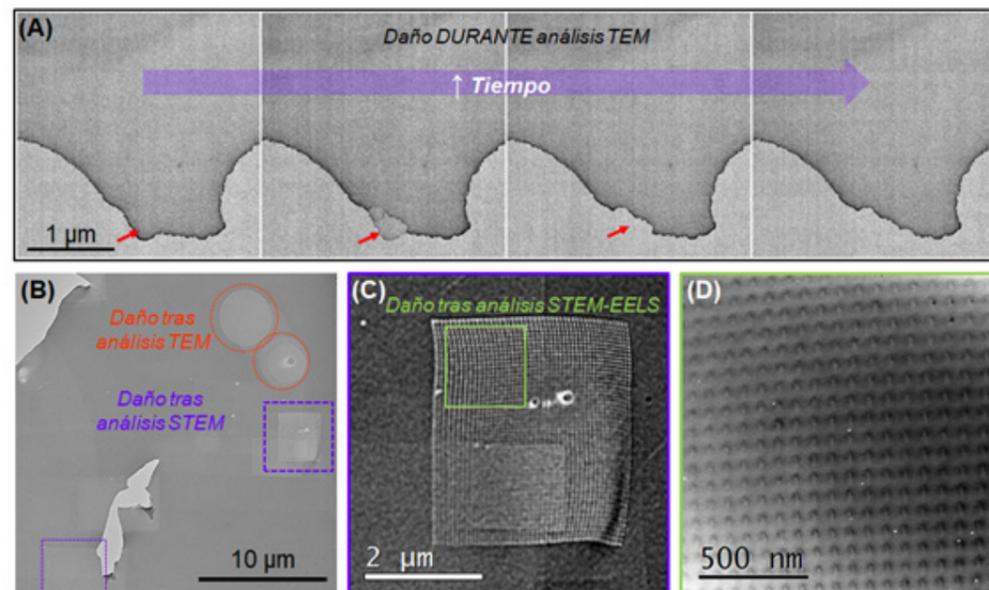


Figura 1. Ejemplos del daño inducido en materiales poliméricos durante experimentos de TEM empleando un haz de electrones paralelo (A) y una sonda electrónica rastreada sobre la muestra (C) y (D). En (B) pueden observarse daños inducidos mediante ambos modos.

“La naturaleza “blanda” de los estos materiales motiva la necesidad de explorar varias técnicas para la obtención de muestras de material transparente a los electrones”

No todas las técnicas de microscopía inducen el mismo tipo de degradación en el material, como consecuencia de los requerimientos experimentales de cada una de ellas (en términos de corrientes electrónicas, tiempos de exposición, etc., que resultan en dosis electrónicas acumuladas y velocidades de irradiación de dosis muy diferenciadas en las distintas técnicas), destacando principalmente las diferencias entre los experimentos realizados con un haz de electrones paralelo (modo TEM) o en modo rastreo (modo STEM).

La naturaleza “blanda” de los estos materiales motiva la necesidad de explorar varias técnicas para la obtención de muestras de material transparente a los electrones (optimizadas para ciertos materiales inorgánicos o muestras biológicas, pero no para compuestos), previo a los análisis de microscopía. Las estrategias de preparación de muestras examinadas en este proyecto (en concreto, pulido mecánico convencional, ultramicrotomía y haces de iones

focalizados) se recogen en la Figura 2. También se han considerado otros aspectos, como estrategias para reducir la carga electrostática durante los experimentos.

El desarrollo del proyecto nos ha permitido cubrir estas consideraciones, e iniciar los análisis del daño inducido en el material polimérico mediante diferentes metodologías. Una de las técnicas elegidas es la espectroscopía de pérdida de energía de electrones (EELS), que nos permitirá completar estos estudios monitorizando, por ejemplo, la disminución del grosor de la muestra en función de la dosis electrónica acumulada.

Estos estudios establecen, por tanto, el punto de partida de investigaciones de la cinética y mecanismos de degradación polimérica durante la realización de experimentos de (S)TEM, de gran utilidad para el desarrollo de futuras metodologías de caracterización, dedicadas al estudio de (nano)composites poliméricos.

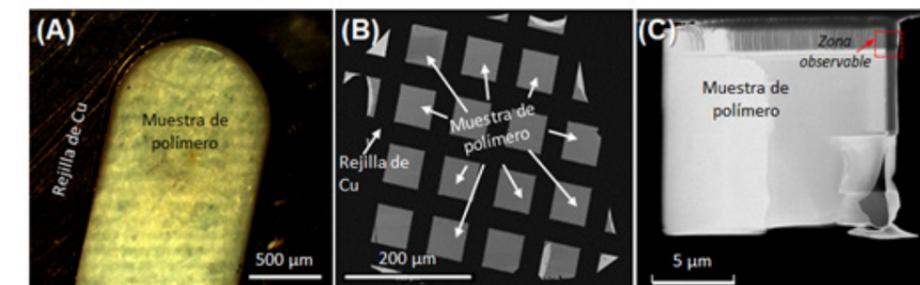


Figura 2. Muestras para su análisis por técnicas de TEM obtenidas a partir del mismo material polimérico mediante el empleo de diferentes estrategias de preparación: (A) pulido mecánico, (B) ultramicrotomía y (C) haces de iones focalizados.



La Dra. María de la Mata se licenció en Química por la Universidad de Oviedo. Tras cursar estudios de Máster en Ciencia y Tecnología de Materiales en la Universidad Autónoma de Barcelona, realiza allí su tesis doctoral finalizada en 2015 y galardonada con el premio extraordinario de doctorado del departamento y con el premio a la mejor tesis doctoral de la Sociedad de Microscopía Española. Posteriormente, ha disfrutado de contratos posdoctorales en el ICN2, en la Universidad de Lund (Suecia) y en la Universidad de Cádiz, donde actualmente es investigadora Juan de la Cierva.