

Caracterización superficial de materiales por cromatografía de gases fase inversa. (IGC)

La Cromatografía de gases fase inversa (IGC) es una técnica sencilla y versátil para la caracterización de la superficie de sólidos. Provee información de las propiedades ácido-base de la superficie empleado moléculas sonda de características conocidas. En estudios de adsorción, el registro de las isothermas bajo dilución infinita permite el cálculo de los calores de adsorción. Cuando una mezcla de gases es inyectada en una columna la cuál fue llenada con el material bajo estudio es posible obtener los tiempos de elución para los gases involucrados y la capacidad de separación del material evaluado. En nuestro laboratorio, este tipo de estudios son llevados a cabo empleando dos cromatógrafos de gases operados en modo fase inversa con detectores de ionización de flama (FID) y de conductividad térmica (TCD).

Caracterización superficial de materiales por IGC



Cromatografía de Gases Inversa (IGC) es una técnica de *adsorción dinámica*, versátil, sensible y rápida para la caracterización de las propiedades fisicoquímicas de los materiales, debido a su aplicabilidad en la determinación de propiedades de superficies en los sólidos.

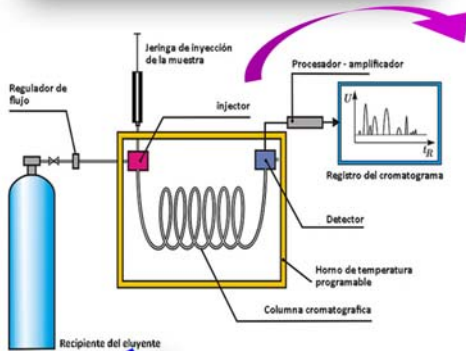
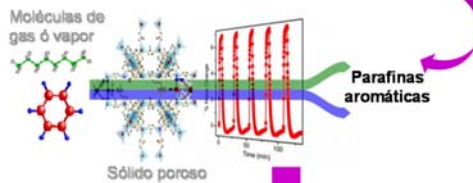


Tabla 1. Diferencias importantes en la técnica	Cromatografía común	Cromatografía Gaseosa Inversa
Adsorbato (Fase móvil)	Bajo investigación	Conocido
Adsorbente (Fase estacionaria)	Conocido	Bajo investigación



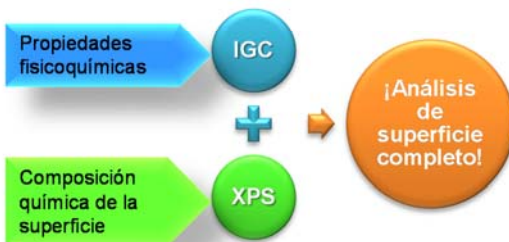
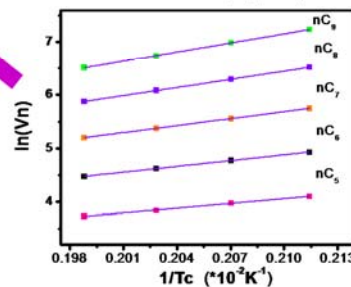
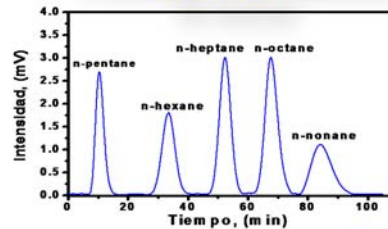
Aplicaciones:

- ✓ Medición de Isothermas de adsorción.
- ✓ Energía de la superficie y energía libre.
- ✓ Calores de adsorción.
- ✓ Heterogeneidad de la superficie.
- ✓ Las propiedades ácido-base de la superficie
- ✓ Los coeficientes de actividad y separación.
- ✓ Parámetros de interacción termodinámica Flory-Huggins.

Calores de adsorción

Vapor	n-C ₅	n-C ₆	n-C ₇	n-C ₈	n-C ₉
Q _{ads} [KJ/mol]	29.3	36.1	43.5	51.1	57.4

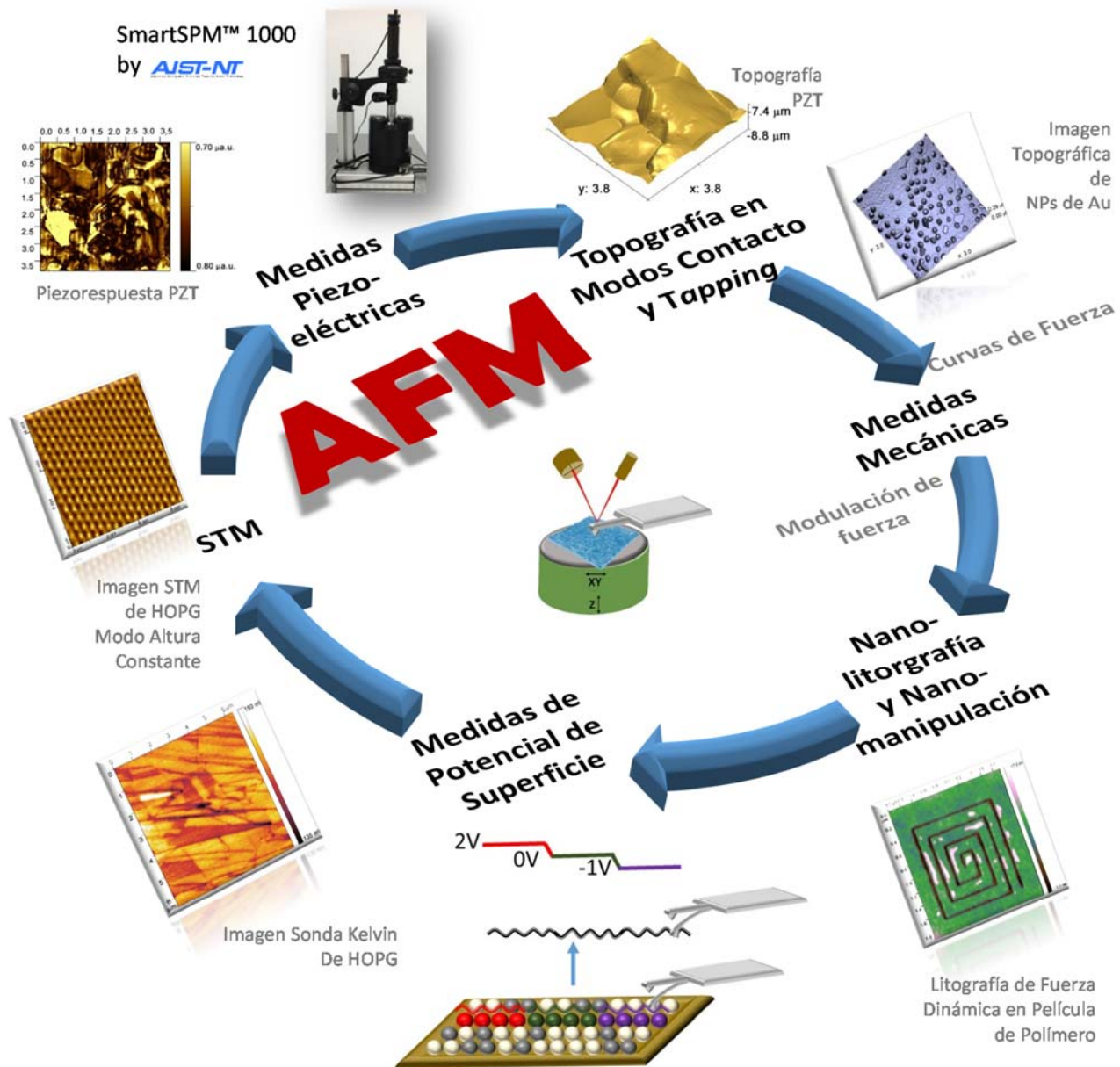
Cromatograma de separación de mezclas



Isotherma

Caracterización de superficies a través de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM).

La Microscopía AFM es una técnica de medida superficial que se basa en la interacción de una punta con la superficie de la muestra. Esta técnica permite el análisis superficial de muestras con resolución nanométrica o incluso atómica. A partir de esta técnica se obtiene información morfológica en 3D generando imágenes topográficas de las mismas mediante la medición de parámetros superficiales con valores en el eje Z. Rugosidad, tamaño y límites de grano, distribución (homogeneidad) de partículas en pinturas o películas delgadas, entre otras son ejemplo de la información obtenida. También se emplea en la determinación de propiedades mecánicas de los materiales, tales como fuerzas de atracción, repulsión, viscosidad, elasticidad y dureza.

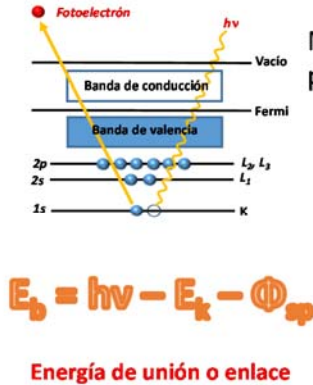


Las imágenes fueron tomadas de <http://www.aist-nt.com/>

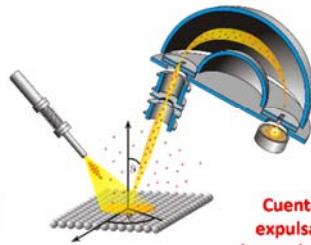
Espectroscopia de Emisión de Fotoelectrones inducida por Rayos-X.

La espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS), también conocida como espectroscopia de electrones para análisis químico (ESCA), es una técnica para analizar la química superficial de un material.

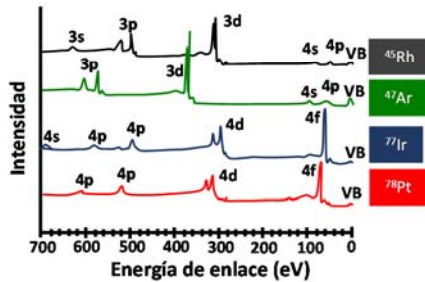
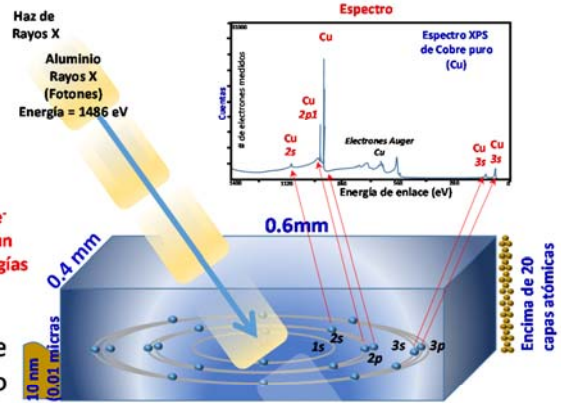
Irradiación con un haz de rayos X sobre una superficie sólida.



Medición de la energía cinética y los electrones que se emiten desde la parte superior (1-10 nm).



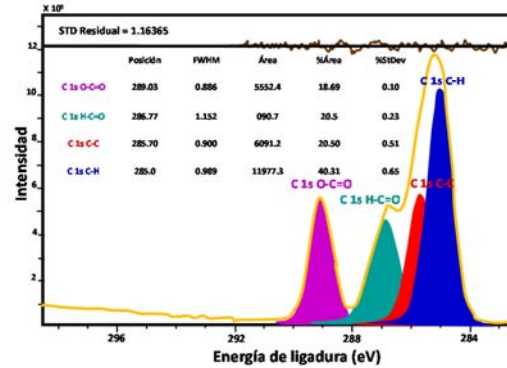
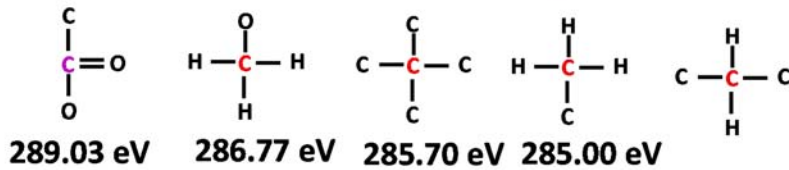
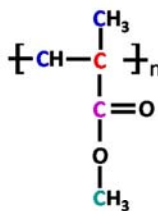
Cuenta de los e⁻ expulsados en un intervalo de energías cinéticas



La energía de enlace depende del elemento del cuál se emite el electrón y del orbital desde el cuál es expulsado, permitiendo la **Identificación** y **Cuantificación** de todos los elementos en la superficie (excepto el hidrógeno).

La energía de enlace también depende del entorno químico del átomo del que se emitió el electrón.

Diferente ambiente químico para el átomo de C en el Poli metil metacrilato



Áreas de interés:

Películas delgadas y recubrimientos; funcionalización de superficies; polímeros y adhesivos; mineralogía; geoquímica, petroquímica; metalurgia; catálisis; microelectrónica y semiconductores y caracterización de superficie de sólidos



Espectrómetro XPS Modelo K-Alpha con MAGCIS (Fuente de iones de Ar para perfil de profundidad y limpieza de muestras), Thermo Fisher Scientific