

Título: Nanometrología aplicada a la producción de compuestos nanoestructurados: garantía de calidad y trazabilidad en la escala nanométrica

Autor: Lic. José Andrés Zaldívar Chacón

Afiliación: Instituto Nacional de Investigaciones en Metrología (INIMET), La Habana, Cuba

Resumen

La nanometrología, definida como la ciencia de la medición en la escala nanométrica (1-100 nm), se erige como un pilar fundamental para el desarrollo confiable de la nanotecnología, especialmente en la producción de compuestos nanoestructurados. Este artículo aborda la importancia de la nanometrología en el control de parámetros críticos como el tamaño, la morfología, la composición química y la estructura cristalina de los nanomateriales. Se revisan técnicas de caracterización avanzadas, como la microscopía electrónica (TEM, SEM), la microscopía de fuerza atómica (AFM), y técnicas espectroscópicas (XPS, XRD, Raman), destacando su papel en la obtención de mediciones exactas y trazables. Asimismo, se discuten los principales retos en el campo, como la falta de estándares certificados y la complejidad en la cuantificación de incertidumbres. Finalmente, se presenta el marco del Programa Nacional de Nanociencia y Nanotecnologías de Cuba (PN211LH008), cuyo objetivo es fortalecer el aseguramiento metrológico en la producción de materiales nanoestructurados.

Palabras clave: nanometrología, compuestos nanoestructurados, trazabilidad, técnicas de caracterización, estándares, incertidumbre.

Abstract

Nanometrology, defined as the science of measurement at the nanometric scale (1-100 nm), stands as a fundamental pillar for the reliable development of nanotechnology, especially in the production of nanostructured compounds. This

article addresses the importance of nanometrology in controlling critical parameters such as size, morphology, chemical composition, and crystalline structure of nanomaterials. Advanced characterization techniques such as electron microscopy (TEM, SEM), atomic force microscopy (AFM), and spectroscopic techniques (XPS, XRD, Raman) are reviewed, highlighting their role in obtaining accurate and traceable measurements. The main challenges in the field, such as the lack of certified standards and the complexity in quantifying uncertainties, are also discussed. Finally, the framework of the Cuban National Program of Nanoscience and Nanotechnologies (PN211LH008) is presented, which aims to strengthen metrological assurance in the production of nanostructured materials.

Keywords: nanometrology, nanostructured compounds, traceability, characterization techniques, standards, uncertainty.

Introducción

La nanotecnología ha revolucionado múltiples sectores industriales y científicos, gracias a las propiedades únicas de los materiales en la escala nanométrica. Sin embargo, la reproducibilidad y confiabilidad de estos materiales dependen críticamente de la capacidad de medir y caracterizar sus propiedades con exactitud y precisión (BIPM, 2019). La nanometrología surge como la disciplina encargada de garantizar la calidad de las mediciones en este ámbito, asegurando que los resultados sean trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI). Sin ella, el desarrollo de aplicaciones nanotecnológicas seguras y eficaces sería inviable (Leach et al., 2020).

Este artículo tiene como objetivo analizar el papel de la nanometrología en la producción de compuestos nanoestructurados, revisando las técnicas de caracterización más relevantes, los retos actuales y las estrategias para superarlos, con especial énfasis en el contexto del proyecto nacional cubano PN211LH008.

Materiales y Métodos

Este trabajo se basa en una revisión sistemática de la literatura científica y en la experiencia del Instituto Nacional de Investigaciones en Metrología (INIMET) en el proyecto PN211LH008. La metodología consistió en:

1. **Identificación de parámetros críticos:** Se determinaron las métricas esenciales a controlar en compuestos nanoestructurados a partir de la literatura especializada y normas técnicas internacionales (ISO/TS 18196, 2016).
2. **Evaluación de técnicas de caracterización:** Se analizaron las capacidades, limitaciones y fuentes de incertidumbre de técnicas microscópicas y espectroscópicas comúnmente empleadas, como SEM, TEM, AFM, XPS, XRD y Espectroscopía Raman.
3. **Análisis de trazabilidad e incertidumbre:** Se evaluaron los procedimientos para establecer la trazabilidad de las mediciones al SI y para cuantificar la incertidumbre de medida en cada técnica, siguiendo las guías del Buró Internacional de Pesos y Medidas (BIPM).
4. **Caso de estudio:** Se tomó como referencia el marco metodológico y los objetivos del proyecto nacional PN211LH008 para ilustrar la aplicación práctica de los principios de la nanometrología.

Resultados y Discusión

Parámetros Críticos y su Relevancia

El control de los compuestos nanoestructurados exige la medición precisa de parámetros específicos. Los resultados del análisis bibliográfico confirman que las métricas más críticas son:

- **Tamaño y distribución de tamaño:** Diferencias de pocos nanómetros pueden alterar significativamente las propiedades del material (Hochella et al., 2019). Una

distribución de tamaño inhomogénea puede conducir a un desempeño inconsistente del producto final.

- **Morfología:** La forma (esférica, tubular, laminar) influye directamente en propiedades como el área superficial específica, la reactividad y las interacciones mecánicas en composites.
- **Composición química y pureza:** La presencia de impurezas, incluso en trazas, puede catalizar reacciones no deseadas o modificar las propiedades electrónicas y ópticas del material.
- **Estructura cristalina:** La fase (amorfa o cristalina) y la orientación cristalográfica determinan la estabilidad térmica, la dureza y la conductividad eléctrica (Cullity & Stock, 2014).

Efectividad de las Técnicas de Caracterización

El análisis de las técnicas revela que no existe un método único universal. La caracterización robusta requiere una combinación de técnicas:

- **Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM):** Proporcionan imágenes directas con alta resolución. Sin embargo, la preparación de la muestra puede introducir artefactos, y el análisis es típicamente destructivo y limitado a un área pequeña.
- **Microscopía electrónica de Fuerza Atómica (AFM):** Ofrece ventajas al operar en condiciones ambientales y proporcionar información topográfica 3D. No obstante, la punta puede interactuar con la muestra y deformarla, y la cuantificación precisa de la fuerza sigue siendo un desafío (Garnæs et al., 2019).
- **Espectroscopía de fotoelectrones de Rayos X (XPS):** Es la técnica de referencia para el análisis elemental y de estados químicos superficiales. Su limitación principal es el requerimiento de ultra alto vacío y la escasa profundidad de análisis (Watts & Wolstenholme, 2019).
- **Difracción de Rayos X (XRD):** Es indispensable para identificar fases cristalinas y calcular el tamaño de cristalita mediante el análisis del ensanchamiento de los picos de difracción (Scherrer equation).

- **Espectroscopía Raman:** Es extremadamente sensible a la estructura molecular y enlaces químicos, siendo ideal para caracterizar defectos en materiales como el grafeno (Ferrari & Basko, 2013).

Retos en Trazabilidad y Control de Calidad

Los resultados identifican varios desafíos persistentes:

- **Falta de Estándares:** La escasez de Materiales de Referencia Certificados (MRC) a nanoscala dificulta la validación de métodos y la calibración de equipos, afectando la comparabilidad de resultados entre laboratorios.
- **Incertidumbre de Medida:** Cuantificar la incertidumbre en técnicas como microscopía electrónica de fuerza atómica (AFM) o microscopía electrónica de transmisión (TEM) es complejo debido a múltiples fuentes (preparación de muestra, calibración del instrumento, análisis de datos) (Leach et al., 2020).
- **Costo y Complejidad:** La inversión en equipos y la necesidad de personal altamente capacitado limitan el acceso a una nanometrología de alta calidad, especialmente en países en desarrollo.

La discusión subraya que la solución a estos retos pasa por la implementación de un sistema metrológico robusto que incluya la participación en ensayos de aptitud por intercomparación, el desarrollo de capacidades de medición y calibración (CMC) y la adopción de protocolos normalizados. Las CMC son la declaración formal de un Instituto Nacional de Metrología sobre lo que es capaz de medir o calibrar, los rangos en los que puede hacerlo y con qué incertidumbre. Publicar una CMC en la Base de Datos de Comparaciones Claves y Suplementarias (KCDB) del Buró Internacional de pesas y Medidas (BIPM) significa que la capacidad de un país para, por ejemplo, medir el tamaño de nanopartículas con una incertidumbre específica, ha sido revisada por pares y aceptada internacionalmente. Es una declaración de competencia que todos los demás países reconocen.

Caso de Estudio: Implementación en el Proyecto PN211LH008 “La metrología aplicada a la producción de productos nanoestructurados”

El proyecto nacional cubano sirve como un modelo práctico para abordar estos retos. Sus resultados preliminares muestran un enfoque en:

- **Fortalecimiento de capacidades:** Desarrollo de competencia técnica en el laboratorio para las técnicas clave discutidas.
- **Trazabilidad:** Establecimiento de vínculos metrológicos a través de la potencial publicación de las Capacidades de Medición y Calibración (CMCs) en la Base de Datos de Comparaciones Claves y Suplementarias (KCDB) del Buró Internacional de Pesas y Medidas (BIPM), la cual es el directorio global y oficial de estas capacidades.
- **Aseguramiento de la calidad:** Uso de Materiales de Referencia Certificados (MRCs) y participación en intercomparaciones para validar los resultados analíticos.

Este caso demuestra la viabilidad de integrar los principios de la nanometrología en un programa de I+D+i nacional, asegurando la calidad de la producción de nanocompuestos.

Conclusiones

1. La nanometrología es un elemento indispensable para el avance confiable de la nanotecnología, especialmente en la producción de compuestos nanoestructurados. Su papel en la caracterización precisa de parámetros críticos es irremplazable.
2. La correcta caracterización de los nanomateriales requiere una estrategia multimodal que combine técnicas microscópicas y espectroscópicas, siendo conscientes de las limitaciones y fuentes de incertidumbre de cada una.
3. Los principales desafíos, como la falta de estándares y la complejidad en la cuantificación de la incertidumbre, pueden mitigarse mediante un enfoque

- sistémico que priorice la trazabilidad, la comparabilidad internacional y el desarrollo de capacidades técnicas.
4. Iniciativas como el proyecto PN211LH008 demuestran la importancia y viabilidad de fortalecer las capacidades metrológicas a nivel nacional para garantizar la calidad, seguridad y competitividad internacional de los productos nanotecnológicos.

Referencias Bibliográficas

BIPM. (2019). *Key Comparison Database*. Bureau International des Poids et Mesures. <https://www.bipm.org/kcdb/>

Cullity, B. D., & Stock, S. R. (2014). *Elements of X-ray Diffraction* (3rd ed.). Pearson. [https://www.eng.uc.edu/~beaucag/Classes/AdvancedMaterialsThermodynamics/Books/B.D.%20Cullity,%20S.R.%20Stock%20%20Elements%20of%20X-Ray%20Diffraction-Pearson%20Education%20Limited%20\(2014\).pdf](https://www.eng.uc.edu/~beaucag/Classes/AdvancedMaterialsThermodynamics/Books/B.D.%20Cullity,%20S.R.%20Stock%20%20Elements%20of%20X-Ray%20Diffraction-Pearson%20Education%20Limited%20(2014).pdf)

Eaton, P., & West, P. (2010). *Atomic Force Microscopy*. Oxford University Press. ed 1. New York. ISBN 958-0-19-957045-4. https://books.google.com.cu/books?id=VB0UD_AA_A_QBAJ&printsec=frontcover&hl=es&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false

Hochella, M. F., et al. (2019). Natural, incidental, and engineered nanomaterials and their impacts on the Earth system. *Science*, 363(6434), eaau8299. <https://doi.org/10.1126/science.aau8299>

International Organization for Standardization (2022). ISO/TS 18196. (2016). *Nanotechnologies—Measurement technique matrix for the characterization of nano-objects*. <https://www.iso.org/standard/61734.html>

European Commission (2010). Introductory Guide to Nanometrology. A product of the Coordination of Nanometrology in Europe project (FP7 CSA-CA 218764), ISBN: 978-0-9566809-1-4. <https://www.researchgate.net/profile/Poul-Erik->

Hansen-2/publication/282122542_Introductory_Guide_to_Nanometrology/links/5603a8ef08ae596d2591f99a/Introductory-Guide-to-Nanometrology.pdf?origin=publication_detail&tp=eyJjb250ZXh0Ijp7ImZpcnN0UGFnZSI6InB1YmxpY2F0aW9uliwicGFnZSI6InB1YmxpY2F0aW9uRG93bmxvYWQiLCJwcmV2aW91c1BhZ2UiOiJwdWJsaWNhdGlvbiJ9fQ&cf_chl_tk=oTAVYQz_T5rUI8daD5URBHOOJHQgqvU7f_wpj9n0Ob0-1763309335-1.0.1.1-MrKVF.zvfsPBaQ0mZkvCT_JASb8JSkS3uiiTc_a_pbqA

Watts, J. F., & Wolstenholme, J. (2019). *An Introduction to Surface Analysis by XPS and AES* (2nd ed.). Wiley. <http://202.38.64.11/~mams/escalab/An.Introduction.To.Surface.Analysis.By.XPS.And.AES.pdf>