Avaliação de nanocompósitos poliméricos

https://doi.org/10.56238/levv15n39-070

Lizandra Viana Maurat da Rocha
Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano (IMA/UFRJ), Doutora.

Lennon Luiz Corrêa de Brito
Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ, Estudante de Graduação.

Diego de Holanda Saboya Souza
Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano (IMA/UFRJ), Doutor.

Maria Inês Bruno Tavares
Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano (IMA/UFRJ), Doutora.

RESUMO
Este artigo apresenta uma revisão sobre a avaliação das propriedades dos nanocompósitos poliméricos, destacando a importância da integração de várias técnicas analíticas para a caracterização desses materiais. Usando uma abordagem multimétodo, algumas das principais técnicas para elucidar as propriedades dos nanocompósitos foram revisadas – espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), análise termogravimétrica (TGA), calorimetria exploratória diferencial (DSC), difração de raios X (XRD), ressonância magnética nuclear (RMN), microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foi possível demonstrar a importância da etapa de caracterização do material não apenas para a competitividade industrial por meio da validação da aplicação final e otimização do desempenho, mas também para uma compreensão abrangente e profunda de propriedades como estrutura cristalina, composição e mobilidade molecular, estabilidade térmica e morfologia, fornecendo assim uma base sólida para inovação tecnológica e desenvolvimentos futuros no campo de nanomateriais poliméricos, sem negligenciar aspectos cruciais como sustentabilidade e segurança.

Palavras-chave: Materiais, Nanocompósitos, Polímeros, Caracterização, FTIR, TGA, DSC, DRX, RMN, TEM, MEV.

1 INTRODUÇÃO

A nanotecnologia, um campo emergente de desenvolvimento com promessas revolucionárias, estimula intensamente a pesquisa de materiais avançados. Em sua forma mais ampla, envolve os aspectos em que partículas e mecanismos de tamanho muito pequeno (*a priori*, com pelo menos uma das dimensões iguais ou inferiores a 100 nm ou 10-7 metros) se distinguem de suas formas maiores, ou " macro ". Essas diferenças nas propriedades são atribuídas principalmente à sua área de superfície incrivelmente alta em relação ao seu pequeno tamanho. A lei do cubo quadrado explica essa relação, onde, em relação às suas dimensões, a área de um cubo aumenta ao quadrado, enquanto seu volume aumenta ao cubo. Da mesma forma que explica a impossibilidade de construir estruturas muito grandes, também explica as propriedades da superfície amplificada nessa escala (MANSOORI, 2005; TEODORO, 2006; ROCO, 2011; TAHA et al., 2022; Malik et al., 2023).

A questão dos papéis da nanotecnologia é vasta e diversificada, impactando diversos setores tecnológicos. Exemplos de aplicações da nanotecnologia incluem a obtenção de maior condutividade, permitindo a criação de circuitos de transistores semicondutores de óxido metálico abaixo da faixa de 10 nm, que foi usada nas CPUs mais avançadas. Além disso, destaca-se a aceitação de partículas exógenas em sistemas vivos, devido à sua nanoescala e propriedades semelhantes às moléculas já presentes no organismo. A aplicação de conceitos de nanociência permite desde a criação de perfumes mais duradouros e medicamentos mais eficientes por meio de sistemas de liberação controlada até o desenvolvimento de novos materiais nanocompósitos com propriedades específicas e a exploração do potencial de nanopartículas à base de resíduos preparadas para tratamento de resíduos (RAMSDEN, 2016; DA ROCHA et al., 2019, BINNS, 2021; RAHMANI, 2022; DA ROCHA et al., 2024).

Com seu potencial quase ilimitado para inovações, as vantagens e desafios que enfrentamos com a nanotecnologia estão intrinsecamente conectados ao futuro da inovação tecnológica. Dentro desse vasto domínio, os nanocompósitos poliméricos surgiram como uma classe versátil e promissora, impulsionando inovações em uma variedade de aplicações (ESCHBACH et al., 2007; YABUKI, ARRIFFIN, 2010; MINEA, 2019; BINNS, 2021; RAHMANI, 2022; VERMA et al., 2023).

Os nanocompósitos são uma das áreas mais exploradas em nanotecnologia. São misturas bifásicas de nanopartículas e uma matriz, diversificadas na escolha, arranjo e proporção da matéria-prima, oferecendo um novo potencial para o desenvolvimento de materiais com propriedades únicas. É essencial entender que os nanocompósitos poliméricos representam uma sinergia entre as propriedades intrínsecas dos polímeros e as características únicas das nanopartículas incorporadas. Essa combinação oferece uma gama diversificada de aplicações em áreas como embalagens, biomateriais, catalisadores, eletrônicos, entre outros (HASSAN et al., 2021; MUHAMMED SHAMEEM et al., 2021). Para compreender plenamente o papel dos nanocompósitos no vasto campo da nanotecnologia, é essencial adotar uma perspectiva multidisciplinar que aborde os diversos

processos de caracterização envolvidos (ESCHBACH et al., 2007; MITTAL, 2012; NGUYEN-TRI et al., 2018).

À medida que avançamos neste campo promissor, é vital considerar questões críticas relacionadas à segurança ambiental, toxicidade e escalabilidade dos processos de fabricação. A adoção de abordagens responsáveis e estratégias de gerenciamento de riscos é imperativa para garantir não apenas a eficácia e eficiência desses materiais, mas também sua segurança ao longo de seu ciclo de vida (VOGEL et al., 2014; KARIM et al., 2018).

Esta revisão reúne especificamente conhecimento sobre a avaliação de nanocompósitos poliméricos, destacando a importância da integração de várias técnicas analíticas para uma caracterização abrangente desses materiais. No centro dessa análise estão técnicas fundamentais, como espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), análise termogravimétrica (TGA), calorimetria exploratória diferencial (DSC), difração de raios X (XRD), microscopia eletrônica de transmissão (TEM), microscopia eletrônica de varredura (SEM) e ressonância magnética nuclear (RMN). Dentre essas técnicas, a RMN se destaca como uma ferramenta não convencional sofisticada e avançada que permite a análise detalhada de estruturas moleculares e interações intermoleculares de nanocompósitos. As vantagens de combinar a análise de RMN em nanocompósitos são inúmeras, especialmente considerando a sustentabilidade. A RMN é uma técnica não destrutiva, permitindo a análise das amostras sem danificá-las, reduzindo assim o desperdício de material. Além disso, pode ser usado para monitorar processos em tempo real, permitindo a otimização das condições de síntese e processamento, reduzindo assim o consumo de energia e os reagentes químicos. A capacidade de fornecer informações detalhadas sobre a dinâmica molecular e a estrutura dos nanocompósitos auxilia no desenvolvimento de materiais mais eficientes e duráveis, contribuindo para a criação de produtos mais sustentáveis. A integração dessas abordagens analíticas fornece uma compreensão abrangente das propriedades dos nanocompósitos, desde sua estrutura molecular até sua morfologia microscópica e em nanoescala (MITTAL, 2012; SOARES IL et al., 2015; NIKULIN et al., 2016; SEBASTIÃO et al., 2016; PASHAEI et al., 2019; CHARVANI et al., 2020; CHEN & ZHEN, 2021; MOHAMADI, 2022; DA ROCHA et al., 2024).

Finalmente, esta revisão não apenas destaca os avanços recentes e as tendências atuais na avaliação de nanocompósitos poliméricos, mas também descreve os desafios e oportunidades que moldam o futuro desta fascinante área da ciência e tecnologia. Ao integrar conhecimento multidisciplinar e técnicas analíticas avançadas em nanotecnologia, estamos abrindo caminho para uma era de materiais inovadores e sustentáveis com potencial para impulsionar avanços significativos em uma variedade de aplicações industriais, biomédicas, eletrônicas, ambientais, aeroespaciais e agrícolas.

2 METODOLOGIA

Este estudo enfocou as etapas clássicas que caracterizam o desenvolvimento de uma revisão integrativa da literatura, com o objetivo de sintetizar, relacionar e analisar criticamente os achados de vários estudos científicos publicados anteriormente no campo da caracterização de nanocompósitos poliméricos. Essa abordagem permitiu a compilação e análise de pesquisas estabelecidas para alcançar uma compreensão abrangente do estado da arte atual neste campo. Após a identificação de estudos sobre a avaliação de nanocompósitos poliméricos utilizando técnicas como FTIR, TGA, DSC, DRX, RMN, MET e MEV, seus achados foram comparados e contrastados para identificar padrões, tendências e discrepâncias na interpretação e apresentação dos resultados.

Mecanismos de busca apropriados foram empregados para compilar a literatura científica, incluindo a plataforma Scientific Electronic Library Online (SciELO) e o portal da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes). O mecanismo de busca on-line Google Scholar serviu como o principal ponto de partida para reunir e-books, trabalhos acadêmicos, jornais, periódicos e artigos indexados. Este estudo fundamenta assim a apresentação e discussão clara e objetiva dos princípios físicos, objetivos, vantagens e limitações de cada técnica analítica acima mencionada na avaliação de nanocompósitos poliméricos. O objetivo principal foi revisar conceitualmente o tema de forma acessível, principalmente para estudantes e iniciantes na área, sem exigir um alto nível de conhecimento técnico específico para a compreensão do conteúdo, contribuindo assim para a disseminação do conhecimento científico.

3 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

É possível observar em uma série de estudos que a nanotecnologia está sendo aplicada em um número cada vez maior de áreas do conhecimento. Pode ser descrito como a manipulação da matéria em menor escala, com pelo menos uma de suas dimensões abaixo de 100 nanômetros (nm), ou $^{10\text{-}7}$ metros. Como um campo em constante crescimento, a nanotecnologia pode ser definida como uma revolução em todos os setores tecnológicos (BATISTA et al., 2010; LEOPOLDO; VECHIO, 2020; SAHOO et al., 2021).

Com sua ampla gama de aplicações, a nanotecnologia é altamente interdisciplinar, impactando campos como química, física, biologia e medicina, entre outros. Consequentemente, suas aplicações variam de acordo com cada área envolvida. Por exemplo, a nanotecnologia pode otimizar a criação de materiais com propriedades ideais adaptadas para fins específicos, seja para materiais de embalagem ou motores de aeronaves (BATISTA et al., 2010; CADIOLI e SALLA, 2015; BINNS, 2021)

Como outro exemplo de aplicações para a nanotecnologia, a nanoeletrônica ultrapassou os limites finais dos limites de complexidade para seus componentes, com a criação de transistores em escalas nunca antes vistas. No setor farmacêutico, o desenvolvimento de sistemas de liberação

controlada está revolucionando a aplicação de medicamentos, reduzindo os efeitos colaterais e o número de doses necessárias para o tratamento (SIMONE; BOCHNER; FERREIRA, 2013; CADIOLI e SALLA, 2015; LEOPOLDO; VECHIO, 2020).

Nanocompósitos são materiais nos quais as nanopartículas são dispersas dentro de uma matriz, conferindo propriedades combinadas tanto da matriz quanto das nanopartículas adicionadas. A seleção de nanopartículas como cargas em compósitos envolve diversos critérios, incluindo composição, forma e tamanho, escolhidos com base na relação custo-benefício e nas propriedades desejadas do material. Exemplos comuns incluem óxidos metálicos, como óxido de alumínio (Al_2O_3), óxido de titânio (TiO_2) e óxido de zinco (ZnO). As nanopartículas de sílica são frequentemente utilizadas para aumentar a resistência e a estabilidade térmica dos polímeros. Os nanotubos de carbono, incluindo paredes simples (SWCNTs) e paredes múltiplas (MWCNTs), servem para reforçar a resistência mecânica e melhorar a condutividade elétrica. As nanofibras de carbono são conhecidas por melhorar as propriedades mecânicas, enquanto as nanopartículas de argila como a montmorilonita aumentam as propriedades de barreira a gases e vapores. Nanopartículas de metais nobres como prata (Ag) e ouro (Au) foram empregadas por suas propriedades antimicrobianas em nanocompósitos. A distribuição, o tamanho e a quantidade dessas nanopartículas influenciam significativamente as propriedades finais dos nanocompósitos. Os nanocompósitos podem ser classificados de acordo com o tipo de matriz, como nanocompósitos poliméricos, metálicos ou cerâmicos (ABRAHAM et al., 2009; BOGUE, 2011; RATHOD; KUMAR; PANDI BOOMI et al., 2014; JAIN, 2017; MOHD NURAZZI et al., 2021).

A avaliação, correlação e compreensão das propriedades dos nanomateriais são cruciais devido à sua influência direta na atividade do material. Grupos funcionais de superfície de nanomateriais ditam sua reatividade química e interação com outras substâncias e sistemas biológicos. Dimensões e formas afetam significativamente suas propriedades físicas e químicas, com partículas menores exibindo maior reatividade devido a uma maior relação área-volume de superfície. A elevada área superficial relativa dos nanomateriais aumenta a sua capacidade de interagir com outras substâncias, melhorando assim as propriedades catalíticas e de adsorção. O diâmetro das partículas e a proporção influenciam a distribuição dentro do meio, a penetração nas células e tecidos e a eficiência nos processos de liberação controlada de medicamentos. A uniformidade no tamanho e na forma das partículas é fundamental para garantir a consistência nas propriedades e no desempenho. A estrutura cristalina e a composição química dos nanomateriais determinam suas propriedades eletrônicas, ópticas e mecânicas, com diferentes composições exibindo toxicidades distintas e respostas variadas a estímulos externos. Essas características afetam diretamente a toxicidade das partículas, com nanopartículas de superfície altamente reativas potencialmente gerando espécies reativas de oxigênio, levando ao estresse oxidativo em células biológicas. Além disso, sua capacidade de penetrar e se acumular em órgãos específicos pode aumentar o risco de efeitos adversos à saúde (BATISTA et al.,

2010; DONALDSON; POLÔNIA, 2013; VOGEL, 2014; ABBAS et al., 2020; EL-ZAHED et al., 2021).

Portanto, uma compreensão detalhada das propriedades dos nanomateriais é essencial para o desenvolvimento de aplicações seguras e eficazes, minimizando os riscos à saúde humana e ao meio ambiente. Este estudo é vital para proteger a saúde humana e ambiental e promover a sustentabilidade, garantindo que o desenvolvimento e a aplicação de nanomateriais não comprometam a segurança e o equilíbrio ecológico.

Neste estudo, foram revisadas caracterizações aplicadas especificamente a nanocompósitos à base de polímeros. Os polímeros são macromoléculas formadas por unidades estruturais repetidas chamadas monômeros. Os monômeros reagem uns com os outros e se ligam por meio de ligações covalentes para formar longas cadeias poliméricas. Os polímeros que constituem os nanocompósitos são altamente versáteis e podem ser naturais ou sintéticos, rígidos, plásticos ou elastômeros, e biodegradáveis ou não biodegradáveis. Durante a síntese, suas propriedades podem ser ajustadas para atender a várias aplicações industriais e comerciais. Os polímeros exibem uma ampla gama de propriedades mecânicas que os categorizam em dois grupos principais: polímeros de engenharia, meticulosamente projetados para oferecer características específicas, como alta resistência mecânica, resistência química ou resistência ao calor, ideais para aplicações que exigem propriedades técnicas avançadas; e polímeros de commodities, amplamente utilizados em produtos de uso diário devido ao seu custo relativamente baixo (MANO; MENDES, 1999; MANO, 2000).

A análise de nanocompósitos poliméricos é, portanto, crucial para entender suas propriedades, aplicações potenciais e desenvolvimentos. Este estudo se concentra na avaliação detalhada desses materiais inovadores usando uma variedade de técnicas analíticas, desde métodos convencionais até métodos avançados. Isso inclui espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), análise termogravimétrica (TGA), calorimetria exploratória diferencial (DSC), difração de raios-X (XRD), espectroscopia de ressonância magnética nuclear (RMN), microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e microscopia eletrônica de varredura (SEM). Essas ferramentas fornecem insights profundos sobre as propriedades estruturais, térmicas e morfológicas dos nanocompósitos, que são essenciais para o avanço de campos como materiais compósitos e nanotecnologia.

A Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) é uma técnica amplamente utilizada em química, engenharia de materiais e outros campos científicos para identificar e quantificar compostos de interesse em uma amostra e analisar sua composição química. A técnica se baseia na interação da radiação infravermelha com as moléculas da amostra. As moléculas absorvem a radiação infravermelha em frequências específicas correspondentes às vibrações dos átomos dentro das moléculas, como alongamento e flexão de ligações químicas. Cada grupo funcional produz um padrão de absorção característico em diferentes regiões do espectro infravermelho, permitindo a

identificação e quantificação de compostos específicos. No centro do FTIR está a Transformada de Fourier, uma ferramenta matemática que converte um sinal do domínio do tempo para o domínio da frequência. Essa transformação é essencial para a obtenção do espectro infravermelho a partir dos dados brutos coletados durante a análise (CANEVAROLO, 2007; BAUDOT; BRONZEAR; KONG, 2010; ISHIDA, 2013; HERMANN et al., 2017).

Um espectrômetro FTIR típico compreende vários componentes principais. Uma fonte de radiação infravermelha emite um feixe de luz direcionado para um interferômetro, que divide o feixe em dois caminhos: um direcionado para um espelho fixo e outro para um espelho móvel. Após a recombinação, eles criam um padrão de interferência chamado interferograma, contendo informações sobre todas as frequências de luz que passam pelo interferômetro. Este feixe de interferência então viaja em direção à amostra. À medida que a luz infravermelha passa pela amostra, as moléculas absorvem frequências específicas correspondentes às suas vibrações características. A radiação não absorvida continua para o detector, que mede a intensidade da luz transmitida e envia esses dados para um computador. O computador aplica a Transformada de Fourier ao interferograma, convertendo-o em um espectro de absorção de infravermelho. Este espectro exibe picos em frequências específicas correspondentes aos modos vibracionais de ligações dentro das moléculas da amostra. Cada molécula ou grupo funcional exibe um padrão de absorção distinto, permitindo a identificação (CANEVAROLO, 2007; HERMANN et al., 2017; LI et al., 2018).

O FTIR oferece várias vantagens significativas. A técnica permite a rápida aquisição de dados devido à interferometria e é altamente sensível, capaz de detectar sinais de pequenas quantidades de material. Além disso, o FTIR é muito versátil, adequado para analisar sólidos, líquidos e gases, e fornece espectros de alta resolução que distinguem entre picos espaçados. Para amostras líquidas, a análise normalmente requer uma célula de amostra específica feita de materiais transparentes infravermelhos. As amostras sólidas podem ser analisadas diretamente ou preparadas como pellets de sal ou filmes finos (HERMANN et al., 2017; LI et al., 2018; DA ROCHA et al., 2024).

O FTIR foi empregado em uma ampla gama de aplicações. Ele pode identificar compostos, determinar a presença e concentração de componentes em uma amostra, monitorar reações químicas ao longo do tempo (como envelhecimento por oxidação) e fornecer informações sobre a estrutura molecular e as ligações. Por exemplo, na indústria farmacêutica, o FTIR garante a pureza e a composição dos medicamentos. Na ciência dos materiais, analisa polímeros e outras substâncias complexas. No entanto, a técnica tem algumas desvantagens. A análise de substâncias complexas pode produzir espectros complicados e difíceis de interpretar. Além disso, o equipamento FTIR pode ser caro e pode ser necessária uma preparação cuidadosa da amostra para obter resultados precisos (HERMANN et al., 2017; LI et al., 2018; DA ROCHA et al., 2024).

Na avaliação de nanocompósitos poliméricos, o FTIR desempenha um papel crucial na detecção de alterações funcionais. Tem como objetivo principal identificar a incorporação bem-sucedida de nanomateriais adicionados ao material de base em comparação com sua forma original. Além disso, o FTIR detecta possíveis alterações na composição química da matriz durante o processamento ou após vários tempos de armazenamento. Além disso, é capaz de identificar impurezas que podem ter sido introduzidas durante o processo de fabricação, como solventes residuais (BOKOBZA, 2017). Por exemplo, em um estudo de Danielle Mariano et al, o FTIR foi empregado para investigar mudanças estruturais e químicas no fosfato de zircônio lamelar (ZrP) após a modificação com Jeffamine e a adição de nano-ZnO. A análise revelou a formação de novas espécies iônicas e a incorporação de nanopartículas de ZnO ao material. A região espectral de 4000 a 3000 cm−1 exibiu um aumento significativo na área de banda, indicando a formação de espécies iônicas e a presença de grupos OH na superfície do nano-ZnO. As absorções atribuídas à Jeffamina foram observadas em 3000 a 2500 cm−1 e 1500 a 1300 cm−1. Bandas sobrepostas de PO e COC apareceram em 1200 a 900 cm−1, com uma nova banda emergindo em 600 a 700 cm−1. Bandas características de ZrP e ZnO foram mantidas ou aparecem após a modificação. O FTIR também detectou bandas adicionais e potenciais impurezas, sugerindo interações químicas e a modificação bem-sucedida, resultando em um material multifuncional com potencial para compósitos poliméricos (MARIANO et al., 2023).

Quando uma equipe liderada por Dan Ciprari analisou os efeitos da nano-alumina e magnetita em um sistema nanocompósito de PMMA e PS, o FTIR desempenhou um papel crucial na investigação das interações entre a matriz de PMMA e as nanopartículas de Al_2O_3 e Fe_3O_4. Usando um espectrômetro Nicolet Instrument Corp. Nexus 870. Os espectros foram coletados revelando a formação de grupos carboxilato na superfície das nanopartículas, resultantes da reação entre grupos esterificados de PMMA e átomos de alumínio nas nanopartículas. A técnica demonstrou decréscimos em vários picos em relação à matriz polimérica pura, detectando pontos de hidrólise de CH3-O e alterações no gradiente de ionização de C=O, por exemplo. Outras mudanças nos espectros, como diminuição da absorbância a 2950 cm^{-1} e o aparecimento de picos a 1687 cm^{-1}, indicaram a formação de ligações químicas estáveis. Esses dados não apenas confirmaram o mecanismo de adsorção do PMMA nas superfícies das nanopartículas, mas também forneceram informações valiosas sobre a densidade e a estrutura da interface nos nanocompósitos, cruciais para a compreensão de suas propriedades mecânicas e estruturais (CIPRARI; JACOB; TANNENBAUM, 2006).

A Análise Termogravimétrica (TGA) é uma técnica analítica amplamente utilizada na caracterização de materiais, particularmente em estudos envolvendo polímeros e nanocompósitos. Essa técnica fornece informações precisas sobre a estabilidade térmica e a decomposição dos materiais, essenciais para o entendimento de suas propriedades físicas e químicas. Durante um experimento de

TGA, a amostra é gradualmente aquecida enquanto sua massa é monitorada continuamente. Mudanças na massa da amostra com variação de temperatura revelam informações sobre eventos de decomposição, volatilização, oxidação, sublimação, dessorção ou outras transformações que ocorrem em função da temperatura (CANEVAROLO, 2007; MENCZEL; PRIME, 2009; JESKE; SCHIRP; CORNÉLIO, 2012; NG et al., 2018; SAADATKHAH, et al., 2019).

Na prática, a TGA permite a determinação das temperaturas de decomposição inicial e final de um material, bem como a identificação de estágios intermediários de degradação térmica. Isso é crucial para avaliar a estabilidade térmica dos polímeros, influenciada por fatores como estrutura química, tipo de processamento e aditivos. Além disso, o TGA pode ser empregado para quantificar a composição de materiais complexos, distinguindo entre polímeros e cargas ou aditivos termicamente estáveis. Em nanocompósitos poliméricos, o TGA desempenha um papel fundamental na observação de mudanças na estabilidade térmica da matriz polimérica devido à presença de nanopartículas. Pode revelar como as nanopartículas afetam a decomposição térmica do polímero, influenciando diretamente suas propriedades mecânicas e térmicas. Além disso, o TGA auxilia na determinação da quantidade e dispersão de nanopartículas dentro da matriz polimérica, que são fatores essenciais para otimizar o desempenho do nanocompósito em aplicações específicas, como materiais de engenharia, revestimentos avançados e dispositivos eletrônicos (MENCZEL; PRIME, 2009; JESKE; SCHIRP; LOGANATHAN et al., 2017; NG et al., 2018; SAADATKHAH, et al., 2019).

A aplicação de TGA em nanocompósitos poliméricos é crucial para entender a estabilidade térmica e a composição desses materiais em uma ampla faixa de temperatura. Isso é essencial no desenvolvimento de novos materiais com propriedades aprimoradas, especialmente para produtos que exigem maior resistência ao calor em comparação com o polímero base. Mesmo em aplicações menos focadas na resistência térmica, o TGA desempenha um papel significativo na avaliação da pureza e qualidade do compósito final, fornecendo comparações diretas com dados da literatura. Apesar de ser uma técnica destrutiva de amostras, os insights detalhados fornecidos pela TGA e a pequena quantidade de amostra necessária para análise compensam esse aspecto, permitindo a caracterização precisa e confiável de macro, micro e nanomateriais (CORCIONE; FRIGIONE, 2012; LOGANATHAN et al., 2017; NG et al., 2018).

No estudo de nanocompósito de polímero de madeira impregnado com metacrilato de estireno-co-glicidal disperso em argila (WPNC), TGA foi empregado para avaliar as propriedades térmicas. Os resultados revelaram que o nanocompósito exibiu melhor estabilidade térmica em temperaturas abaixo de 450°C em comparação com outros materiais estudados, incluindo madeira bruta. Esse aumento na estabilidade térmica sugere que a nanoargila desempenha um papel crucial na resistência térmica dos compósitos, influenciando diretamente a decomposição térmica e a formação de resíduos em altas temperaturas. Além disso, a análise quantitativa fornecida pela TGA permitiu uma comparação precisa

do comportamento térmico de materiais com e sem nanoargila, destacando a importância dessa incorporação para aplicações que exigem alta resistência térmica, como construção civil e eletrônica (RAHMAN; HAMDAN; CHANG HUI, 2017).

Analisando uma resina epóxi com nanopartículas hexagonais de nitreto de boro, Ahmed A. Thamer e sua equipe observaram uma perda de massa mais lenta à medida que mais carga foi adicionada e um terceiro estágio de perda de massa foi detectado (THAMER; YUSR; JUBIER, 2019). No entanto, ao comparar as características dos nanocompósitos epóxi/poliéster com as plaquetas de grafeno, Minh-Tai Le e Shyh-Chour Huang não detectaram nenhuma variação nas curvas de perda de massa além das margens de erro. Esse achado comprovou que, neste caso, não houve alterações significativas na resistência ao calor do sistema (LE; HUANG, 2015).

A Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) é uma técnica que mede a diferença no fluxo de calor entre uma amostra e um material de referência à medida que passam por um programa de temperatura controlada. Isso permite a investigação de transições de fase, como fusão, cristalização, transições vítreas e reações químicas endotérmicas ou exotérmicas. A partir dessas medições, as propriedades termofísicas e cinéticas da amostra podem ser determinadas (CANEVAROLO, 2007; CORCIONE; FRIGIONE, 2012; ABD-ELGHANY; KLAPÖTKE, 2018; SILVA; SHUKLA; GAUR, 2020)

Especificamente em nanocompósitos, a DSC permite comparar as temperaturas de transição de fase da matriz pura e suas formas nanoestruturadas, com cada uma fornecendo insights distintos. Além disso, a DSC é essencial para fornecer informações detalhadas sobre eventos térmicos importantes, como a temperatura de transição vítrea (Tg), temperatura de fusão (Tm), temperatura de cristalização (Tc) e a porcentagem de cristalinidade dos nanocompósitos. A Tg indica a mobilidade das cadeias poliméricas e a compatibilidade entre os componentes do nanossistema. Tm e Tc juntos revelam como as nanopartículas influenciam a cinética de cristalização e o processo de fusão do polímero (CANEVAROLO, 2007; CORCIONE; FRIGION, 2012).

Embora a DSC forneça informações valiosas sobre a estrutura molecular e as interações dentro dos nanocompósitos, ela tem limitações. Isso inclui resolução térmica insuficiente para transições espaçadas, sensibilidade limitada para quantidades de fase menores e desafios na interpretação dos resultados devido à heterogeneidade do nanocompósito. Além disso, a DSC é uma técnica destrutiva, e a preparação adequada da amostra é crucial para garantir uma análise representativa e homogênea. Para superar essas limitações, a DSC pode ser complementada com outras técnicas analíticas, como Termogravimetria (TGA), Difração de Raios-X (DRX), Ressonância Magnética Nuclear (RMN) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM) para uma caracterização mais abrangente do material ((VALENTIM; TAVARES; SILVA, 2014; CORCIONE; FRIGIONE, 2012; ANANDHI; EDWARD; JAISANKAR, 2020). Essas técnicas complementares fornecem informações adicionais sobre

estabilidade térmica, estrutura cristalina, composição química e detalhes morfológicos, aprimorando a compreensão geral das propriedades e comportamento dos nanocompósitos.

O estudo de Valentim, Tavares e Silva (2014) investigou os efeitos da adição de nano TiO2 ao copolímero de etileno-acetato de vinila (EVA) por meio de análises de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e Termogravimetria (TG). Os resultados indicaram que a incorporação de TiO2 em nanocompósitos de EVA/TiO2 levou a uma redução no grau de cristalinidade (Xc) do material. Além disso, a DSC revelou mudanças significativas nas propriedades térmicas, como alterações na temperatura de transição vítrea (Tg) e entalpia de fusão (ΔHm), enquanto a TGA complementou esses achados avaliando a estabilidade térmica das amostras. A combinação dessas análises forneceu informações cruciais sobre como as modificações na estrutura e organização molecular influenciam o desempenho dos nanocompósitos, ressaltando a importância do controle preciso sobre as propriedades térmicas para aplicações industriais, como embalagens e encapsulantes fotovoltaicos.

Em um artigo de 2020, um grupo de pesquisadores indianos realizou análises térmicas de poli(metacrilato de metila) (PMMA), fluoreto de polivinilideno (PVDF), polissulfona (PSF), misturas de PVDF-PSF e amostras de bicamada PVDF-PMMA usando calorimetria exploratória diferencial (DSC). Eles tentaram calcular a temperatura de transição vítrea (Tg) e interpretar as mudanças correspondentes observadas na mistura PVDF-PSF e na formação de bicamadas PVDF-PMMA. A mistura PVDF-PSF resultou em uma mudança na Tg do PSF, com um único pico confirmando a miscibilidade adequada dos dois polímeros. A curva DSC da bicamada PVDF-PMMA também confirmou sua formação e demonstrou mudanças significativas em seu comportamento térmico. Isso foi possível porque a DSC é uma das técnicas de caracterização térmica mais versáteis. Pode ser aplicado a polímeros e suas misturas, compósitos e multicamadas para estudar vários processos termodinâmicos, como temperatura de transição vítrea, capacidade térmica específica e outras propriedades cinéticas relacionadas, bem como para elucidar a estrutura, morfologia e cristalinidade de polímeros (SAXENA; SHUKLA; GAUR, 2020).

Em um estudo realizado por pesquisadores do grupo de Maria Inês Bruno Tavares sobre nanocompósitos de PLA com nanopartículas de óxido de zinco, foi observado um aumento na temperatura de transição vítrea em até 5°C em comparação com o PLA puro. Esse resultado indica mobilidade reduzida da fase amorfa do material, sugerindo maior rigidez estrutural após a adição de nanopartículas de óxido de zinco. Semelhante à pesquisa DSC mencionada anteriormente, que revelou uma diminuição na cristalinidade (Xc) e mudanças significativas nas propriedades térmicas, como temperatura de transição vítrea (Tg) e entalpia de fusão (ΔHm), ambos os estudos ressaltam a importância do controle preciso sobre as propriedades térmicas para várias aplicações industriais (VALENTIM; TAVARES; SILVA, 2014; DA CRUZ FARIA et al., 2021).

Voltando à análise de resina epóxi com nanopartículas hexagonais de nitreto de boro por Ahmed A. Thamer e sua equipe, a temperatura de transição vítrea (Tg) do compósito, analisada via DSC, aumentou drasticamente (em quase 50 ° C) a cada aumento incremental na porcentagem de nanopartículas até 1%, onde se estabilizou. Essa mudança foi atribuída a diferenças de mobilidade entre os sistemas e foi corroborada pelos dados de TGA (THAMER; YUSR; JUBIER, 2019).

A difração de raios X (DRX) é uma técnica usada para investigar a estrutura cristalina de vários materiais. Quando os raios X interagem com um material cristalino, eles são difratados em ângulos específicos devido ao arranjo ordenado dos átomos na rede cristalina. Esses padrões de difração são utilizados para identificar os tipos de estrutura interna da amostra, dotando cada material de um difratograma único, que representa sua identidade cristalográfica (CANEVAROLO, 2007; BOTAN; SABRINA, 2020).

Em polímeros, os raios X permitem a caracterização de fases cristalinas e amorfas, determinação do grau de cristalinidade e avaliação de defeitos e imperfeições na estrutura interna. Essa técnica é crucial para entender a relação entre a estrutura molecular e as propriedades físicas dos polímeros, auxiliando no desenvolvimento de materiais com características específicas, como aumento da resistência mecânica ou melhoria das propriedades térmicas. Quando a análise direta do material polimérico não é viável, a preparação da amostra para difração de raios X (XRD) pode envolver métodos como fundição de filme, compressão em pellets ou pulverização de pó para garantir uniformidade e espessura adequada. A configuração do equipamento normalmente inclui uma fonte de raios-X, um goniômetro e um detector. A fonte gera um feixe de raios X focalizado direcionado para a amostra, enquanto o goniômetro ajusta o ângulo de incidência e o detector registra os raios X difratados. A amostra é posicionada no suporte de amostra do goniômetro e o feixe de raios X é direcionado em diferentes ângulos, com raios X difratados sendo registrados pelo detector. Os dados de intensidade da difração são coletados em uma variedade de ângulos e plotados em um gráfico conhecido como difratograma, que exibe picos de difração correspondentes a planos cristalinos no polímero (CANEVAROLO, 2007; CAMPBELL; PETHRICK; BRANCO, 2017; BOTAN; SABRINA, 2020; MARIANO NETO; BRITO, 2022).

A análise dos picos no difratograma permite determinar características estruturais do polímero, como grau de cristalinidade, tamanho do cristalito e presença de fases cristalinas. O halo amorfo em um polímero refere-se a uma região ampla e difusa no difratograma de raios X, indicando a presença de estrutura desordenada ou amorfa, contrastando com os picos agudos associados às regiões cristalinas. Este halo é característico de polímeros com alta proporção de áreas amorfas, onde as cadeias poliméricas não se organizam em um padrão regular e repetitivo. A lei de Bragg é fundamental na difração de raios X e relaciona o ângulo de difração (θ), o comprimento de onda dos raios X (λ) e a distância entre os planos cristalinos (d), através da fórmula $n\lambda = 2d \sin\theta$, onde n é um inteiro que

representa a ordem de difração. Esta equação é usada para determinar as distâncias entre os planos atômicos ou moleculares em uma amostra cristalina, permitindo uma análise detalhada da estrutura interna dos materiais. A posição dos picos (valores de 2θ) é comparada com os padrões conhecidos para identificar fases, e as larguras dos picos são usadas para calcular o tamanho médio do cristalito usando a equação de Scherrer. Portanto, o DRX fornece caracterização detalhada da estrutura molecular dos polímeros, essencial para o entendimento e melhoria de suas propriedades físicas e químicas (TJONG, 2006; CANEVAROLO, 2007; CAMPBELL; PETHRICK; BRANCO, 2017; MARIANO NETO; BRITO, 2022).

O papel do XRD na caracterização de nanocompósitos apresenta múltiplos aspectos valiosos. Suas vantagens incluem simplicidade, confiabilidade e natureza não destrutiva, permitindo a recuperação da amostra após o teste. O XRD fornece informações detalhadas sobre a estrutura cristalina e é versátil, aplicável tanto a materiais a granel quanto a filmes finos. No entanto, enfrenta limitações ao analisar materiais altamente amorfos e semicristalinos, exigindo preparação específica e interpretação de padrões de difração com halos complexos, que necessitam de deconvolução e tratamentos matemáticos (CANEVAROLO, 2007; TJONG, 2006; ABHILASH; RAJENDER; SURESH, 2016; BOTAN; SABRINA, 2020).

Um exemplo prático é o uso de XRD no desenvolvimento de nanocompósitos poliméricos para embalagens de alimentos, onde auxilia no aprimoramento das propriedades de barreira a gases e na otimização da formulação para maximizar a dispersão e orientação das nanopartículas. Isso resulta em melhores propriedades de barreira e resistência mecânica. A dispersão de nanopartículas dentro da matriz afeta os picos detectados no nanomaterial final. Geralmente, se não forem encontrados picos atribuídos às quantidades relativamente pequenas de nanopartículas adicionadas, isso sugere boa distribuição e dispersão, indicando que as nanopartículas não se agregaram. O resultado dessa técnica também é utilizado para detectar se regiões amorfas foram introduzidas na matriz durante a incorporação (TJONG, 2006; ABHILASH; RAJENDER; SURESH, 2016; BOTAN; SABRINA, 2020; DA ROCHA; DA SILVA; TAVARES, 2022; DA ROCHA et al., 2024).

Dillip K. Pradhan et al. (2018) investigaram nanocompósitos de eletrólitos de argila polimérica compostos de óxido de polietileno (PEO) e iodeto de potássio, com concentrações variadas de argila montmorilonita de sódio organicamente modificada (DMMT). A análise de difração de raios X (DRX) foi utilizada para examinar a formação dos nanocompósitos e as alterações nas propriedades estruturais dos materiais. Os padrões de XRD dos nanocompósitos se assemelharam às características das partículas de argila à medida que mais DMMT foi adicionado, confirmando a formação adequada dos nanocompósitos com esta forma modificada.

Em outro estudo recente na área, BARAMA et al. (2023) empregaram a técnica XRD para investigar as propriedades estruturais de nanocompósitos de alumínio reforçados com 1,5% de

nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNTs). Por meio da análise de difração, observou-se que a interação entre o alumínio e os MWCNTs resultou na formação de carbonetos e dissolução de carbono na rede cristalina da matriz. Essas reações também contribuíram para o refinamento do grão na estrutura da matriz e uma distribuição mais homogênea de MWCNTs residuais dentro do material compósito. Além disso, a DRX revelou alterações na estrutura cristalina do material, indicando alterações na fase cristalina e na orientação dos cristais de alumínio devido à presença de nanotubos. Essas observações sugerem que a incorporação de nanotubos alterou a estrutura e a organização cristalina da matriz de alumínio, o que é crucial para entender como os nanocompósitos podem melhorar as propriedades mecânicas e térmicas em comparação com o alumínio puro. Assim, o XRD desempenhou um papel crítico na elucidação das mudanças estruturais induzidas pela adição de MWCNTs em nanocompósitos de alumínio, fornecendo informações valiosas sobre a formação de novas fases, refinamento de grãos e distribuição de nanotubos dentro da matriz.

A Ressonância Magnética Nuclear (RMN) explora as propriedades magnéticas dos núcleos atômicos em um campo magnético, permitindo a investigação da estrutura molecular e das interações em materiais sólidos e líquidos. Os pulsos de radiofrequência fazem com que os núcleos atômicos absorvam energia e emitam sinais detectáveis, fornecendo informações sobre estrutura molecular, conectividade química e dinâmica molecular. Em sólidos como polímeros e nanocompósitos, a RMN de alto campo oferece alta resolução espectral e sensibilidade significativa, permitindo análises detalhadas em nível atômico. A RMN de baixo campo, embora ofereça resolução mais baixa, é útil para estudos preliminares e triagem devido a equipamentos menos complexos e custos operacionais reduzidos. A RMN também é crucial em nanomateriais, examinando mudanças na dinâmica e nas interações físicas após a adição de nanopartículas. Destaca-se como um método rápido, não destrutivo e informativo para diversas aplicações científicas e industriais (AVOLIO et al., 2010; ALAM; JENKINS, 2011; DOS SANTOS ALMEIDA et al., 2012; BATOOL; MAOMÉ; JAVED, 2022).

Em materiais poliméricos, a RMN de alto campo pode caracterizar morfologia, composição química e mobilidade molecular. Por exemplo, ele pode distinguir entre fases cristalinas e amorfas, identificar grupos funcionais e analisar a distribuição de segmentos poliméricos dentro da matriz. A técnica fornece informações sobre a conectividade atômica e a organização local da cadeia polimérica, que são cruciais para a compreensão de propriedades como flexibilidade da cadeia e formação de domínios estruturais. Por outro lado, a RMN de baixo campo é comumente usada para amostras líquidas, oferecendo análise dinâmica de interações moleculares em soluções e dispersões. Em polímeros líquidos ou soluções nanocompósitas, por exemplo, a RMN de baixo campo pode elucidar a estrutura do solvente, a distribuição de carga e a cinética das interações polímero-polímero ou polímero-nanopartícula. Serve como uma ferramenta valiosa para o estudo da dinâmica e comportamento de polímeros em fases de solução, fornecendo informações essenciais para diversas

aplicações científicas e industriais (ALVES et al., 2020; BALTHAZAR et al., 2021; MERAT et al., 2023; RAMOS et al., 2023).

No domínio do tempo, a RMN fornece informações sobre a dinâmica molecular, analisando os tempos de relaxamento dos núcleos atômicos. Os tempos de relaxamento longitudinal (T1) e transversal (T2) refletem a mobilidade da molécula e as interações intermoleculares. Em polímeros, essas medidas podem indicar a flexibilidade da cadeia, a presença de defeitos e a influência de aditivos ou nanopartículas na mobilidade molecular. A análise no domínio do tempo complementa as informações obtidas no domínio da frequência, fornecendo uma visão abrangente das propriedades dinâmicas dos materiais em estudo (AVOLIO et al., 2010; ALAM; JENKINS, 2011; ALVES et al., 2020; BATOOL; MAOMÉ; JAVED, 2022).

O equipamento típico de RMN inclui um ímã magnético e um sistema de detecção. A amostra é colocada no campo magnético do ímã, onde os núcleos atômicos se alinham com o campo magnético. A aplicação de pulsos de radiofrequência induz ressonância nos núcleos, que emitem sinais que são detectados e analisados para gerar espectros. Em polímeros, a RMN pode distinguir diferentes regiões químicas e fornecer informações sobre a dinâmica molecular, como movimentos rotacionais e difusão molecular. A RMN também tem suas limitações, como a exigência de amostras relativamente puras e a dependência da sensibilidade do núcleo específico (por exemplo, ^{1}H, ^{13}C) (AVOLIO et al., 2010; ALAM; JENKINS, 2011; ALVES et al., 2020; BATOOL; MAOMÉ; JAVED, 2022).

A preparação adequada da amostra e a programação do equipamento são cruciais para evitar artefatos e garantir resultados precisos na caracterização de polímeros e seus nanocompósitos. A escolha da sequência de pulso de RMN depende das informações desejadas sobre a amostra e das propriedades dos núcleos observados. Em primeiro lugar, considera-se o tipo de núcleo, como ^{1}H ou ^{13}C, que requerem frequências e parâmetros diferentes. Em seguida, o tipo de informação necessária é definido: espectroscopia 1D para informações básicas da estrutura química, 2D para detalhes de acoplamento de spin, relaxometria para estudar a dinâmica molecular ou difusão para investigar a mobilidade molecular. O estado da amostra também influencia a escolha: para sólidos, técnicas como Polarização Cruzada / Ressonância Magnética Nuclear de Rotação de Ângulo Mágico (CP / MAS) são usadas para aumentar a sensibilidade e a resolução; em líquidos, sequências padrão como Single Pulse (SP) ou Inversion Recovery (IR) são aplicadas. Dependendo dos objetivos, sequências como Coerência Quântica Única Heteronuclear (HSQC) ou Correlação de Ligação Múltipla Heteronuclear (HMBC) são escolhidas para conectividades atômicas detalhadas, ou CPMG para estudar dinâmica molecular. Parâmetros como duração e intensidade do pulso são ajustados para otimizar a sensibilidade e a resolução. Os exemplos incluem Single Pulse para espectros básicos, Inversion Recovery para medir tempos de relaxamento T1 e CP/MAS em sólidos para melhor resolução. A escolha final envolve o conhecimento da amostra, as informações desejadas e as capacidades do equipamento de RMN

(ALVES et al., 2020; AVOLIO et al., 2010; ALAM; JENKINS, 2011; BALTHAZAR et al., 2021; MAOMÉ; JAVED, 2022; MERAT et al., 2023; RAMOS et al., 2023).

A Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM) é uma técnica poderosa empregada em vários campos científicos, incluindo física, química e biologia, para obter imagens de alta resolução e analisar a estrutura interna dos materiais em escala atômica. A técnica se baseia na transmissão de um feixe de elétrons através de uma amostra ultrafina. Os elétrons interagem com a amostra, produzindo imagens de alta resolução que revelam a estrutura interna com detalhes subnanométricos. O MET é particularmente útil para estudar a morfologia, tamanho e distribuição de nanopartículas, bem como a estrutura cristalina, defeitos, interfaces e composição química de materiais em geral (WILLIAMS; CARTER, 2009; REIMER, 2013; EGERTON, 2016).

Quando aplicado a materiais sólidos, como polímeros, o MET fornece imagens de alta resolução que revelam a organização molecular, a presença de fases cristalinas e amorfas, bem como a dispersão e orientação de nanopartículas dentro da matriz polimérica. A técnica pode distinguir entre diferentes fases dentro de um material e examinar defeitos em detalhes, como aglomerados ou áreas desordenadas, que podem influenciar as propriedades mecânicas e térmicas do material. Para amostras ou soluções líquidas, o MET pode ser adaptado ao crio-TEM (MET criogênico), permitindo a visualização em condições de baixa temperatura, preservando a estrutura nativa das amostras. Essa adaptação é particularmente útil para estudar amostras biológicas ou materiais sensíveis às técnicas convencionais de preparação de MET (GOLDSTEIN et al., 2003; SUGA et al., 2014).

Em um microscópio eletrônico de transmissão típico, um canhão de elétrons gera um feixe de elétrons que é acelerado a uma alta tensão. O feixe de elétrons passa por uma série de lentes eletromagnéticas que o focalizam em uma amostra ultrafina (aproximadamente 100 nm de espessura) montada em um suporte de amostra especializado. Os elétrons são acelerados por um campo eletromagnético dentro do porta-amostras. Os elétrons que transmitem através da amostra são espalhados de acordo com sua estrutura atômica e são coletados por um detector, permitindo a formação de uma imagem detalhada em um detector de elétrons de alta resolução. Além de revelar a estrutura cristalina, defeitos e interfaces no material, o MET pode ser equipado com um Espectrômetro de Raios-X por Dispersão de Energia (EDS) e um Espectrômetro de Perda de Energia de Elétrons (EELS). Essas adições fornecem informações detalhadas sobre a composição elementar e a química dos materiais. O EDS detecta os raios X emitidos pela amostra quando ela é bombardeada por elétrons, permitindo análises elementares qualitativas e quantitativas. O EELS mede a perda de energia dos elétrons à medida que eles interagem com a amostra, fornecendo informações sobre a ligação química e a estrutura eletrônica do material. Juntas, essas capacidades tornam o MET uma ferramenta versátil para estudar materiais em nível atômico, oferecendo insights sobre suas propriedades estruturais e

químicas com resolução e detalhes excepcionais (WILLIAMS; CARTER, 2009; REIMER, 2013; EGERTON, 2016).

O GDT oferece várias vantagens significativas. A técnica permite imagens de resolução atômica, fornecendo uma visão detalhada da estrutura interna dos materiais. Além disso, o MET pode fornecer informações sobre a composição química e a estrutura cristalina em nível atômico. No entanto, a preparação da amostra é um aspecto crítico e desafiador. As amostras devem ser extremamente finas, normalmente variando de dezenas a centenas de nanômetros, para permitir a transmissão de elétrons. A preparação cuidadosa da amostra é essencial para evitar danos e artefatos que possam comprometer a qualidade da imagem. Além disso, o GDT requer um ambiente de alto vácuo e equipamentos complexos, o que pode limitar seu uso em algumas aplicações (WILLIAMS; CARTER, 2009; REIMER, 2013; EGERTON, 2016).

Na avaliação de nanocompósitos poliméricos, o MET é utilizado para investigar o tamanho, distribuição e orientação de nanopartículas embutidas na matriz polimérica, bem como para analisar a estrutura cristalina e defeitos nas interfaces. Por exemplo, um estudo de Li et al. empregou TEM para sondar a estrutura interna de nanocompósitos de poli (ácido lático) reforçados com nanotubos de carbono. As imagens TEM revelaram que os nanotubos de carbono estavam bem dispersos na matriz polimérica, formando uma rede interconectada que melhorou significativamente as propriedades mecânicas e térmicas do nanocompósito. A análise detalhada das interfaces entre os nanotubos de carbono e a matriz polimérica revelou forte adesão, o que contribuiu para as propriedades aprimoradas do material. (LI et al., 2021).

Revisitando o experimento de caracterização de nanocompósitos de alumina e magnetita em PMMA/PS liderado por Dan Ciprari (2006), os resultados obtidos diferiram significativamente da literatura e dos dados de fornecedores, indicando uma alta distribuição normal de tamanhos e um forte fenômeno de floculação. Analisando essa distribuição, uma fórmula matemática foi empregada para estimar outros dados relevantes do nanocompósito, como tamanho do cluster e número de âncoras.

Em uma matriz epóxi com nanotubos de titânio utilizados para revestimento anticorrosivo, Muddasir Nawaz et al. (2019) empregaram o MET para analisar a morfologia desses nanotubos, confirmando sua estrutura oca e validando seu carregamento com dodecilamina, um estabilizador.

Em outro exemplo, Huang et al. usaram MET para investigar a morfologia e a estrutura cristalina de nanocompósitos de polietileno reforçados com nanopartículas de sílica. As imagens MET revelaram que as nanopartículas de sílica foram distribuídas uniformemente dentro da matriz de polietileno, formando uma estrutura homogênea. A análise detalhada da estrutura cristalina mostrou que as nanopartículas de sílica induziram a formação de cristais de polietileno com orientação específica, aumentando assim as propriedades mecânicas e térmicas do nanocompósito (HUANG et al., 2023).

A Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM) é uma técnica amplamente utilizada em ciência de materiais, biologia e engenharia para investigar a morfologia e composição de superfícies em nanoescala. Com base na interação de um feixe de elétrons com a superfície da amostra, o SEM gera e coleta vários sinais, incluindo elétrons secundários, elétrons retroespalhados e raios-X característicos, para formar imagens detalhadas da superfície por varredura. Essas imagens de alta resolução revelam a topografia, composição e propriedades elétricas das superfícies analisadas. Particularmente útil para analisar superfícies sólidas, como polímeros e nanocompósitos, o SEM fornece imagens tridimensionais detalhadas mostrando a estrutura da superfície, o tamanho das partículas, a porosidade e a distribuição e orientação de materiais dispersos. Ao estudar polímeros, o MEV permite a visualização direta da morfologia das fases cristalina e amorfa, a distribuição de aditivos ou nanopartículas e a presença de defeitos superficiais. A técnica é essencial para examinar a rugosidade superficial, textura ou fraturas em massa, fornecendo informações cruciais para entender propriedades como adesão, resistência ao desgaste e comportamento à umidade dos materiais (GOLDSTEIN et al., 2003; REIMER, 2013; WILLIAMS; CARTER, 2009).

Um microscópio eletrônico de varredura típico consiste em componentes como uma pistola de elétrons (fonte), sistema de lentes eletromagnéticas, coluna, sistema de varredura, câmara de amostra, detectores de elétrons secundários (SE), detectores de elétrons retroespalhados (BSE), detector de raios X por dispersão de energia (EDS), sistema de controle de vácuo, computador e software de controle e sistema de resfriamento. O canhão de elétrons gera um feixe que é acelerado em direção à amostra. O feixe de elétrons é focalizado e direcionado para a superfície da amostra por uma série de lentes eletromagnéticas. Durante a interação com a superfície, os elétrons geram vários sinais. Os elétrons secundários são emitidos da superfície e coletados por um detector de elétrons secundário, produzindo uma imagem de alta resolução da topografia da superfície. Os elétrons retroespalhados são refletidos da superfície e coletados por um detector de elétrons retroespalhados, fornecendo informações sobre a composição da amostra. Além disso, as interações elétron-amostra podem gerar raios X característicos, coletados por um detector de energia dispersiva, permitindo a análise elementar da composição da amostra via EDS (GOLDSTEIN et al., 2003; REIMER, 2013; WILLIAMS; CARTER, 2009).

O SEM oferece várias vantagens significativas, como a obtenção de imagens de alta resolução com profundidade de campo notável, proporcionando uma visão detalhada da morfologia da superfície. Além disso, é capaz de analisar uma ampla gama de materiais, incluindo polímeros, metais, cerâmicas e materiais biológicos. A análise elementar com EDS complementa a imagem de superfície, permitindo a identificação e quantificação dos elementos presentes na amostra. No entanto, o preparo da amostra é crucial para a obtenção de bons resultados. As amostras condutoras podem ser analisadas diretamente, enquanto as amostras não condutoras geralmente precisam ser revestidas com uma fina camada de material condutor, como ouro ou carbono, para evitar o carregamento da superfície. Além

disso, o MEV requer um ambiente de alto vácuo, o que pode limitar a análise de materiais que não podem suportar essas condições (HAQUE, 2002; GOLDSTEIN *et al*., 2003; REIMER, 2013).

Na avaliação de nanocompósitos poliméricos, o MEV é utilizado para analisar a dispersão e distribuição de nanopartículas dentro da matriz polimérica, investigar a morfologia das interfaces matriz-nanopartícula, identificar aglomerados e verificar a integridade da camada superficial. A técnica também permite a observação de alterações morfológicas induzidas por processos de fabricação ou tratamentos térmicos, fornecendo informações sobre o impacto desses processos na estrutura e propriedades do material (HAQUE; SAIF, 2002; SUGA *et al*., 2014).

Um estudo conduzido por Silva et al. (2022) utilizou MEV para investigar a dispersão de nanopartículas de argila em uma matriz de polipropileno. As imagens de MEV revelaram que as nanopartículas estavam bem dispersas dentro da matriz, formando uma estrutura homogênea. Além disso, a análise EDS confirmou a presença de elementos característicos das nanopartículas de argila na matriz polimérica, fornecendo uma compreensão detalhada da composição e morfologia do nanocompósito.

Retornando à matriz epóxi com nanotubos de titânio estudada por Muddasir N. et al., a forma tubular dos nanotubos e a porosidade superficial da nanoestrutura como um todo foram confirmadas através da análise de MEV. Além disso, uma análise da qualidade e presença (ou ausência, neste caso) de grandes defeitos na morfologia da matriz em maior escala (NAWAZ et al., 2019).

Em outro exemplo, Zhang et al. (2017) utilizaram MEV para investigar a morfologia de nanocompósitos de poliuretano reforçados com nanopartículas de óxido de grafeno. As micrografias mostraram que as nanopartículas de óxido de grafeno estavam bem distribuídas dentro da matriz de poliuretano, formando uma rede interconectada que melhorou significativamente as propriedades mecânicas do nanocompósito. A análise detalhada da morfologia das interfaces entre as nanopartículas e a matriz polimérica revelou forte adesão, contribuindo para as propriedades melhoradas do material.

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A revisão multimétodo de técnicas analíticas forneceu uma compreensão abrangente e detalhada dos nanocompósitos poliméricos, produzindo insights e conclusões fundamentais sobre metodologias que descrevem suas propriedades e aplicações práticas. Este estudo ressalta a importância de uma abordagem integrada na avaliação de materiais complexos como nanocompósitos e enfatiza a necessidade contínua de avanços neste campo para atender às crescentes demandas por materiais de alto desempenho.

Destaca-se especificamente na literatura o uso da Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) para identificação de grupos funcionais e análise qualitativa da composição química de nanocompósitos. A Análise Termogravimétrica (TGA) permite a determinação

da estabilidade e composição térmica, juntamente com a análise da degradação térmica de nanocompósitos. A Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) é amplamente utilizada para estudar transições térmicas, como fusão, cristalização e transições vítreas, bem como para determinar a capacidade de calor. A difração de raios X (XRD) pode ser empregada para analisar a estrutura cristalina, o grau de cristalinidade e a orientação do cristal em nanocompósitos. A Ressonância Magnética Nuclear (RMN) permite a investigação de estruturas moleculares e dinâmicas de cadeias poliméricas, incluindo interações intermoleculares. Por fim, a microscopia eletrônica de varredura (MEV) é frequentemente usada em vários estudos para analisar a morfologia da superfície e a microestrutura de nanocompósitos, fornecendo imagens de alta resolução da topografia da superfície, enquanto a microscopia eletrônica de transmissão (MET) lida com a observação detalhada da morfologia e estrutura interna, incluindo distribuição de carga.

As diferentes combinações dessas técnicas revelam como as propriedades químicas, térmicas, estruturais e morfológicas dos nanocompósitos interagem e influenciam o desempenho final do material. Isso é crucial para o desenvolvimento e otimização de nanocompósitos com propriedades específicas desejadas para diversas aplicações.

REFERÊNCIAS

Abbas, Q., Yousaf, B., Liu, G., Wang, R., Imtiaz, M., & Rizwan, M. (2020). Environmental transformation and nano-toxicity of engineered nano-particles (ENPs) in aquatic and terrestrial organisms. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 1–59. https://doi.org/10.1080/10643389.2019.1676562

Abd-Elghany, M., & Klapötke, T. M. (2018). A review on differential scanning calorimetry technique and its importance in the field of energetic materials. *Physical Sciences Reviews*, 3(4). https://doi.org/10.1515/psr-2017-0111

Abhilash, V., Rajender, N., & Suresh, K. (2016). X-ray diffraction spectroscopy of polymer nanocomposites. In V. Abhilash, N. Rajender, & K. Suresh (Eds.), *Spectroscopy of Polymer Nanocomposites* (pp. 410–451). Elsevier.

Abraham, R., Varughese, K. T., & Thomas, S. (2009). Mechanical properties of ceramic-polymer nanocomposites. *Express Polymer Letters*, 3(3), 177–189. https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2009.24

Alam, T. M., & Jenkins, J. E. (2011). HR-MAS NMR Spectroscopy in Material Science. *InTech eBooks*. https://doi.org/10.5772/25192

Alves, L. G., Silva, L. C., Ferreira, R. R., & Araujo, E. S. (2020). Crystallinity evaluation of oriented nanocomposites based on polypropylene and silica by time domain NMR. *Macromolecular Symposia*, 394(1). https://doi.org/10.1002/masy.202000087

Anandhi, S., Edward, M. L., & Jaisankar, V. (2020). Synthesis, characterization and antimicrobial activity of polyindole/ZrO2 nanocomposites. *Materials Today: Proceedings*. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.03.107

Avolio, R., Castaldo, R., Avella, M., Cocca, M., Gentile, G., & Errico, M. E. (2010). Synthesis and characterization of poly(methylmethacrylate)/silica nanocomposites: Study of the interphase by solid-state NMR and structure/properties relationships. *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, 48(23), 5618–5629. https://doi.org/10.1002/pola.24324

Balthazar, C. F., Almeida, R. L., Oliveira, M. R., Silva, H. L. A., Mollakhalili-Meybodi, N., & Esmerino, E. A. (2021). Metabolic profiling of probiotic low-sodium prato cheese with flavour enhancers: Usefulness of NMR spectroscopy and chemometric tools. *International Dairy Journal*, 119, 104992. https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2021.104992

Barama, B., Bouvet, G., Nouar, Y., Saadallah, A., & Rahmouni, M. (2023). Thermostructural properties of the Al + 1.5% MWCNT nanocomposite. *Applied Nanoscience*, 13(10), 6727–6736. https://doi.org/10.1007/s13204-023-02655-9

Batista, R. S., Bianchi, J. R. P., & Antunes, M. (2010). Nanociência e nanotecnologia como temáticas para discussão de ciência, tecnologia, sociedade e ambiente. *Ciência & Educação*, 16(2), 479–490. https://doi.org/10.1590/S1516-73132010000200014

Batool, M., Nadeem, H. M., & Javed, T. (2022). Applications of spectroscopic techniques for characterization of polymer nanocomposite: A review. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 32(12), 4478–4503. https://doi.org/10.1007/s10904-022-02307-0

Baudot, C., Tan, C. M., & Kong, J. C. (2010). FTIR spectroscopy as a tool for nano-material characterization. *Infrared Physics & Technology*, 53(6), 434–438. https://doi.org/10.1016/j.infrared.2010.07.005

Bogue, R. (2011). Nanocomposites: A review of technology and applications. *Assembly Automation*, 31(2), 106–112. https://doi.org/10.1108/01445151111119517

Bokobza, L. (2017). Spectroscopic techniques for the characterization of polymer nanocomposites: A review. *Polymers*, 10(1), 7. https://doi.org/10.3390/polym10010007

Binns, C. (2021). *Introduction to nanoscience and nanotechnology*. John Wiley & Sons. https://doi.org/10.1002/9781119450229

Botan, R., & Sabrina. (2020). X-ray diffraction analysis of layered double hydroxide polymer nanocomposites. *Elsevier eBooks*, 205–229.

Cadioli, L. P., & Salla, L. D. (2006). Nanotecnologia: Um estudo sobre seu histórico, definição e principais aplicações desta inovadora tecnologia. *Revista de Ciências Exatas e Tecnologia*, 1(1).

Campbell, D., Pethrick, R. A., & White, J. R. (2017). *Polymer Characterization*. Informa.

Canevarolo, V. (2007). *Técnicas de caracterização de polímeros*. Artliber.

Charvani, S., Reddy, G. C., & Narendar, G. (2020). SEM, XRD and TGA study of alumina nanocomposites. *AIP Conference Proceedings*.

Ciprari, D., Jacob, K., & Tannenbaum, R. (2006). Characterization of polymer nanocomposite interphase and its impact on mechanical properties. *Macromolecules*, 39(19), 6565–6573. https://doi.org/10.1021/ma061179n

Corcione, C. E., & Frigione, M. (2012). Characterization of nanocomposites by thermal analysis. *Materials*, 5(12), 2960–2980. https://doi.org/10.3390/ma5122960

Da Cruz Faria, É., Corrêa, A. C., Koga-Ito, C. Y., Oliveira, L. P., & Pessan, L. A. (2021). Crystallization behavior of zinc oxide/poly(lactic acid) nanocomposites. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 146(4), 1483–1490. https://doi.org/10.1007/s10973-020-10143-5

Da Rocha, L. V. M., de Araújo, D. R., & da Silva, P. S. R. C. (2019). Extract of curcuminoids loaded on polycaprolactone and pluronic nanoparticles: Chemical and structural properties. *Applied Nanoscience*, 10(4), 1141–1156. https://doi.org/10.1007/s13204-019-01231-4

Da Rocha, L. V. M., de Araújo, D. R., & da Silva, P. S. R. C. (2024). Biodegradable packing food films based on PBAT containing ZnO and MoO3. *Journal of Applied Polymer Science*, 141(17). https://doi.org/10.1002/app.49990

Da Rocha, L. V. M., da Silva, P. S. R. C., & Tavares, M. I. B. (2022). Thermostructural evaluation of poly(butylene adipate-co-terephthalate) /molybdenum trioxide nanocomposites through time domain nuclear magnetic resonance and other conventional techniques. *Brazilian Journal of Development*, 8(5), 36588–36601. https://doi.org/10.34117/bjdv8n5-027

Donaldson, K., & Poland, C. A. (2013). Nanotoxicity: Challenging the myth of nano-specific toxicity. *Current Opinion in Biotechnology*, 24(4), 724–734. https://doi.org/10.1016/j.copbio.2013.05.003

Dos Santos Almeida, A., Menezes, L. R., Pessan, L. A., & Ambrósio, J. D. (2012). Development of hybrid nanocomposites based on PLLA and low-field NMR characterization. *Polymer Testing*, 31(2), 267–275. https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2011.11.001

Egerton, R. F. (2016). *Physical Principles of Electron Microscopy: An Introduction to TEM, SEM, and AEM* (2nd ed.). Springer. https://doi.org/10.1007/978-3-319-39877-9

El-Zahed, M. M., Youssif, M. I., Basiouny, A. R., Abdel-Rahman, L. H., Ahmed, M. K., & El-Kemary, M. (2021). In vivo toxicity and antitumor activity of newly green synthesized reduced graphene oxide/silver nanocomposites. *Bioresources and Bioprocessing*, 8(1). https://doi.org/10.1186/s40643-021-00366-7

Eschbach, J., Keicher, T., Müller, H., & Petermann, M. (2007). Development and characterization of nanocomposite materials. *Materials Science and Engineering: C*, 27(5-8), 1260–1264. https://doi.org/10.1016/j.msec.2006.07.007

Goldstein, J., Newbury, D. E., Joy, D. C., Lyman, C. E., Echlin, P., & Lifshin, E. (2003). *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis* (3rd ed.). Springer. https://doi.org/10.1007/978-1-4615-0215-9

Hassan, T., Hameed, R. M., Salem, M. A., & Fouad, O. A. (2021). Functional nanocomposites and their potential applications: A review. *Journal of Polymer Research*, 28(2). https://doi.org/10.1007/s10965-021-02595-7

Haque, M. A., & Saif, M. T. A. (2002). Application of MEMS force sensors for in situ mechanical characterization of nano-scale thin films in SEM and TEM. *Sensors and Actuators A: Physical*, 97-98, 239–245. https://doi.org/10.1016/S0924-4247(01)00857-X

Hermann, P., Reichel, F., Winnerl, S., Schneider, H., & Helm, M. (2017). Enhancing the sensitivity of nano-FTIR spectroscopy. *Optics Express*, 25(14), 16574–16574. https://doi.org/10.1364/OE.25.016574

Ishida, H. (2013). *Fourier Transform Infrared Characterization of Polymers*. Springer Science & Business Media.

Karim, M. D. E., Das, S., & Rahaman, M. (2018). Polymer nanocomposites and related legal issues: An overview. *Elsevier eBooks*, 679–698.

Jeske, H., Schirp, A., & Cornelius, F. (2012). Development of a thermogravimetric analysis (TGA) method for quantitative analysis of wood flour and polypropylene in wood plastic composites (WPC). *Thermochimica Acta*, 543, 165–171. https://doi.org/10.1016/j.tca.2012.05.014

Le, M.-T., & Huang, S.-C. (2015). Thermal and mechanical behavior of hybrid polymer nanocomposite reinforced with graphene nanoplatelets. *Materials*, 8(8), 5526–5536. https://doi.org/10.3390/ma8085526

Leopoldo, C. de J., & Vechio, G. H. D. (2020). Nanotecnologia e suas aplicações: Uma revisão quanto aos seus conceitos, potencial de uso, riscos e tendências. *Revista Interface Tecnológica*, 17(2), 144–154. https://doi.org/10.31510/infa.v17i2.857

Li, B., Li, Y., Zhang, Q., & Liu, Z. (2018). *Characterization of Minerals, Metals, and Materials 2018*. Springer International Publishing.

Loganathan, S., Nazar, S., & Karthikeyan, A. (2017). Thermogravimetric analysis for characterization of nanomaterials. In M. P. Demirel (Ed.), *Thermal and Rheological Measurement Techniques for Nanomaterials Characterization* (pp. 67–108). Elsevier. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813349-1.00005-0

Mano, E. B. (2000). *Polímeros como materiais de engenharia*. Edgard Blücher.

Mano, E. B., & Mendes, L. C. (1999). *Introdução a Polímeros* (2ª ed.). Blucher.

Mansoori, G. A. (2005). *Principles of Nanotechnology: Molecular-Based Study of Condensed Matter in Small Systems*. World Scientific.

Mariano, D. M., de Souza, M. G., & Rodrigues, M. A. S. (2023). Incorporation of nano-zinc oxide in lamellar zirconium phosphate: Synthesis and characterization. *Materials Sciences and Applications*, 14(6), 346–361. https://doi.org/10.4236/msa.2023.146024

Mariano Neto, M., & Brito, H. C. de. (2022). *A produção do conhecimento nas engenharias: Novas fronteiras, tecnologias e desafios*. Editora Amplla.

Minea, A. A. (2019). A review on electrical conductivity of nanoparticle-enhanced fluids. *Nanomaterials*, 9(11), 1592. https://doi.org/10.3390/nano9111592

Menczel, J. D., & Prime, R. B. (Eds.). (2009). *Thermal Analysis of Polymers*. John Wiley & Sons, Inc.

Merat, P. P., Pedroso, R. M., Sousa, A. R., & Lopes, A. P. (2023). Evaluation of cinnamon by solid-state NMR employing relaxometry. *Materials Sciences and Applications*, 14(3), 142–147. https://doi.org/10.4236/msa.2023.143012

Mittal, V. (2012). *Characterization Techniques for Polymer Nanocomposites*. John Wiley & Sons.

Mohd Nurazzi, N., et al. (2021). Fabrication, functionalization, and application of carbon nanotube-reinforced polymer composite: An overview. *Polymers*, 13(7), 1047. https://doi.org/10.3390/polym13071047

Muhammed Shameem, M., Kumar, K., & Malhotra, R. (2021). A brief review on polymer nanocomposites and its applications. *Materials Today: Proceedings*, 45, 2536–2539. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.12.024

Nawaz, M., Javed, Q., & Naseem, S. (2019). Development and properties of polymeric nanocomposite coatings. *Polymers*, 11(5), 852. https://doi.org/10.3390/polym11050852

Ng, H. M., Sin, L. T., & Tee, T. T. (2018). Thermogravimetric analysis of polymers. *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*, 1–29. https://doi.org/10.1002/0471440264.pst640

Nguyen-Tri, P., Aymes-Chodur, C., & Angelet, M. (2018). Nanocomposite coatings: Preparation, characterization, properties, and applications. *International Journal of Corrosion*, 2018, 1–19. https://doi.org/10.1155/2018/6341010

NIKULIN, S. A. et al. Possibilities of Scanning and Transmission Electron Microscopy for Comparative Analysis of the Microstructure of In-Situ Nanocomposite High-Strength Conductors Based on a Copper Matrix and BCC-Metals. Metal science and heat treatment, v. 58, n. 3-4, p. 209–213, 1 jul. 2016.

Pandi Boomi, D., Prabu, H. G., & Ravikumar, S. (2014). Study on antibacterial activity of chemically synthesized PANI-Ag-Au nanocomposite. *Applied Surface Science*, 300, 66–72. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.01.207

Pashaei, S., Hosseinzadeh, S., & Hosseinzadeh, H. (2018). TGA investigation and morphological properties study of nanocrystalline cellulose/ag-nanoparticles nanocomposites for catalytic control of oxidative polymerization of aniline. *Polymer Composites*, 40(S1), E753–E764. https://doi.org/10.1002/pc.24989

Piscopo, M. R., Almeida, M. I., & Oliveira, L. (2014). O setor brasileiro de nanotecnologia: Oportunidades e desafios. *Revista de Negócios*, 19(4), 43–63.

Pradhan, D. K., Choudhary, R. N. P., & Samantaray, B. K. (2018). Studies of structural, thermal and electrical behavior of polymer nanocomposite electrolytes. *Express Polymer Letters*, 2(9), 630–638. https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2008.75

Rahman, M. D. R., Hamdan, S., & Chang Hui, J. L. (2017). Differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetric analysis (TGA) of wood polymer nanocomposites. *MATEC Web of Conferences*, 87, 03013. https://doi.org/10.1051/matecconf/20178703013

Rahmani, S., Hassan, M., Ali, A., & Khan, A. (2022). Polymer nanocomposites for biomedical applications. In *Elsevier eBooks* (pp. 175–215). Elsevier.

Ramos, B. G. Z., & Creczynski-Pasa, T. B. (2008). O desenvolvimento da nanotecnologia: Cenário mundial e nacional de investimentos. *Revista Brasileira de Farmácia*, 89(2), 95–101.

Ramos, V. S., da Silva, E. A. B., Menezes, L. F., & de Souza, D. (2023). Extraction of stem oils from *Cinnamomum cassia* and NMR characterization to produce nutraceuticals. *Food Science and Technology*, 43. https://doi.org/10.1590/fst.11422

Ramsden, J. (2016). *Nanotechnology: An Introduction*. William Andrew.

Rathod, V. T., Kumar, J. S., & Jain, A. (2017). Polymer and ceramic nanocomposites for aerospace applications. *Applied Nanoscience*, 7(8), 519–548. https://doi.org/10.1007/s13204-017-0593-7

Reimer, L. (2013). *Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis* (2nd ed.). Springer.

Roco, M. C. (2011). The long view of nanotechnology development: The National Nanotechnology Initiative at 10 years. *Journal of Nanoparticle Research*, 13(2), 427–445. https://doi.org/10.1007/s11051-010-0192-z

Saadatkhah, N., Ajdari, F. B., Hadavi, H., & Lotfizadeh, A. (2019). Experimental methods in chemical engineering: Thermogravimetric analysis—TGA. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 98(1), 34–43. https://doi.org/10.1002/cjce.23430

Sahoo, M., Sahoo, S., Gautam, S., Samal, P. K., & Singh, S. (2021). Nanotechnology: Current applications and future scope in food. *Food Frontiers*, 2(1), 3–22. https://doi.org/10.1002/fft2.34

Santos, F. F. (2010). A encruzilhada da nanotecnologia: Inovação, tecnologia e riscos. *Revista de Administração Contemporânea*, 14(5), 817–834. https://doi.org/10.1590/S1415-65552010000500003

Saxena, P., Shukla, P., & Gaur, M. (2020). Thermal analysis of polymer blends and double layer by DSC. *Polymers and Polymer Composites*, 29(9_suppl), S11–S18. https://doi.org/10.1177/0967391120934118

Schulz, P. A. (2005). O que é a nanociência e para que serve a nanotecnologia. *Física na Escola*, 6(1), 11–18.

Sebastião, P. J., Freire, C., Moutinho, A. M., Vilela, A., & Cruz, A. (2016). Conventional and fast field cycling relaxometry study of the molecular dynamics in polymer nanocomposites for use as drug delivery systems. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 16(7), 7539–7545. https://doi.org/10.1166/jnn.2016.12439

Silva, A. R., Silva, M. A., Pereira, T. C., & Oliveira, F. G. (2022). Dispersão de nanopartículas de argila em polipropileno. *Journal of Materials Science*, 57(4), 2112–2120.

Simone, M., Bochner, R., & Ferreira, M. (2013). Nanotechnology in health sciences in Brazil: An informetric look at research groups. *Liinc em Revista*, 9(1), 66–81. https://doi.org/10.18617/liinc.v9i1.504

Soares, I. L., Marques, M. F. V., Fonseca, L. A., Oliveira, R. J., & Nunes, R. C. (2015). Evaluation of the influence of modified TiO2 particles on polypropylene composites. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 15(8), 5723–5732. https://doi.org/10.1166/jnn.2015.10360

Suga, M., Teranishi, T., & Tanaka, N. (2014). Recent progress in scanning electron microscopy for the characterization of fine structural details of nanomaterials. *Progress in Solid State Chemistry*, 42(1-2), 1–21. https://doi.org/10.1016/j.progsolidstchem.2014.01.001

Taha, T. B., Kumar, S., & Chauhan, G. (2022). Nanotechnology and computer science: Trends and advances. *Memories - Materials, Devices, Circuits and Systems*, 2, 100011. https://doi.org/10.1016/j.memres.2022.100011

Thamer, A. A., Yusr, H. A., & Jubier, N. J. (2019). TGA, DSC, DTG properties of epoxy polymer nanocomposites by adding hexagonal boron nitride nanoparticles. *Journal of Engineering and Applied Sciences*, 14(2), 567–574. https://doi.org/10.36478/jeasci.2019.567.574

Theodore, L. (2006). *Nanotechnology: Basic calculations for engineers and scientists*. John Wiley & Sons.

Tjong, S. C. (2006). Structural and mechanical properties of polymer nanocomposites. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 53(3-4), 73–197. https://doi.org/10.1016/j.mser.2006.06.001

Valentim, A. C. S., Tavares, M. I. B., & Silva, E. O. (2014). Efeito da adição de TIO2 nas propriedades térmicas e na cristalinidade do copolímero de etileno/acetato de vinila. *Química Nova*, 37(2), 255–259. https://doi.org/10.5935/0100-4042.20140041

Verma, R. K., Kaushik, A., & Ram, D. (2023). *Polymer nanocomposites*. Informa.

Vogel, U. B., Riediker, M., & Kreyling, W. (2014). *Handbook of nanosafety: Measurement, exposure, and toxicology*. Academic Press.

Williams, D. B., & Carter, C. B. (2009). *Transmission electron microscopy: A textbook for materials science* (2nd ed.). Springer.

Yabuki, A., & Ariffin, N. (2010). Electrical conductivity of copper nanoparticle thin films annealed at low temperature. *Thin Solid Films*, 518(23), 7033–7037. https://doi.org/10.1016/j.tsf.2010.07.014

Zhang, X., Li, J., & Wang, W. (2017). Surface modified graphene oxide cross-linking with hydroxyl-terminated polybutadiene polyurethane: Effects on structure and properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 103, 208–218. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.08.007