

## Versatilidad de la técnica Termogravimetría acoplada a espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (TGA-FTIR) en el análisis de materiales de diversa naturaleza.

Magdalena Palacio\*

Centro de investigación y desarrollo en ciencias aplicadas Dr. J.J. Ronco (CINDECA), CONICET-CIC-Facultad de Ciencias Exactas-UNLP- Calle 47 entre 1 y 115 N°257, La Plata, Argentina.

[mpalacio@quimica.unlp.edu.ar](mailto:mpalacio@quimica.unlp.edu.ar)

**Palabras Claves:** análisis térmico; espectroscopía infrarroja; TGA-FTIR; caracterización de materiales; procesos térmicos

### Resumen

La técnica de Análisis Termogravimétrico acoplada con Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (TGA-FTIR) se ha consolidado como una herramienta analítica poderosa y versátil para el estudio integral de materiales orgánicos e inorgánicos. Su capacidad para correlacionar la pérdida de masa con la evolución de productos gaseosos permite obtener información simultánea sobre los procesos térmicos y la composición química de las especies volátiles. Esta combinación resulta particularmente útil en estudios de descomposición, síntesis, catálisis y evaluación de estabilidad térmica.

En este trabajo se presenta una selección de casos de aplicación de la técnica sobre muestras de diversa naturaleza, procesadas en el marco del Servicio Tecnológico de Alto Nivel (STAN N° 4393). Se recopilaron trabajos desarrollados por diferentes grupos de investigación que han recurrido al servicio, con el objetivo de evidenciar la versatilidad, precisión y alcance del acoplamiento TGA-FTIR como herramienta para la caracterización avanzada de materiales.

### Introducción

Este trabajo surge de la experiencia profesional en el ámbito del servicio analítico, donde se emplean las técnicas TGA (Análisis Termogravimétrico) y FTIR (Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier) de manera acoplada para el estudio de materiales de diversa naturaleza. La sinergia entre ambas técnicas permite correlacionar la pérdida de masa de una muestra con la evolución de productos gaseosos, brindando información simultánea sobre los fenómenos térmicos y la composición química de las especies volátiles.

Esta capacidad analítica resulta particularmente valiosa en estudios de descomposición, síntesis, catálisis y evaluación de estabilidad térmica. El objetivo principal del presente trabajo es evidenciar la versatilidad del uso combinado de ambas técnicas a partir del análisis de muestras de distinto origen estudiadas en el Servicio TGA-FTIR (STAN N° 4393). A través de una selección de trabajos científicos recientes que han hecho uso del servicio, se busca mostrar cómo el acoplamiento TGA-FTIR permite obtener información integral sobre la composición de los materiales y su comportamiento térmico, ampliando así las posibilidades de interpretación y aplicación en diferentes campos científicos y tecnológicos.

Cuando se emplean simultáneamente, TGA y FTIR posibilitan el análisis coordinado de los cambios físico-químicos que experimenta un material bajo tratamiento térmico. Mientras la TGA cuantifica la pérdida de masa en función de la temperatura, el FTIR permite identificar los gases desprendidos mediante su huella espectral. Esta integración metodológica resulta especialmente útil para estudiar procesos complejos, ya que proporciona información térmica, cinética y estructural en un solo análisis.

La presente revisión recoge ejemplos concretos del uso de TGA-FTIR en el estudio de polímeros, residuos industriales, biomasa, materiales funcionales, adsorbentes y catalizadores. A través de ellos se pone de manifiesto la amplitud de sus aplicaciones y su relevancia como herramienta para la caracterización avanzada de materiales en contextos de investigación y desarrollo orientados hacia la sostenibilidad y la innovación tecnológica.

## Experimental

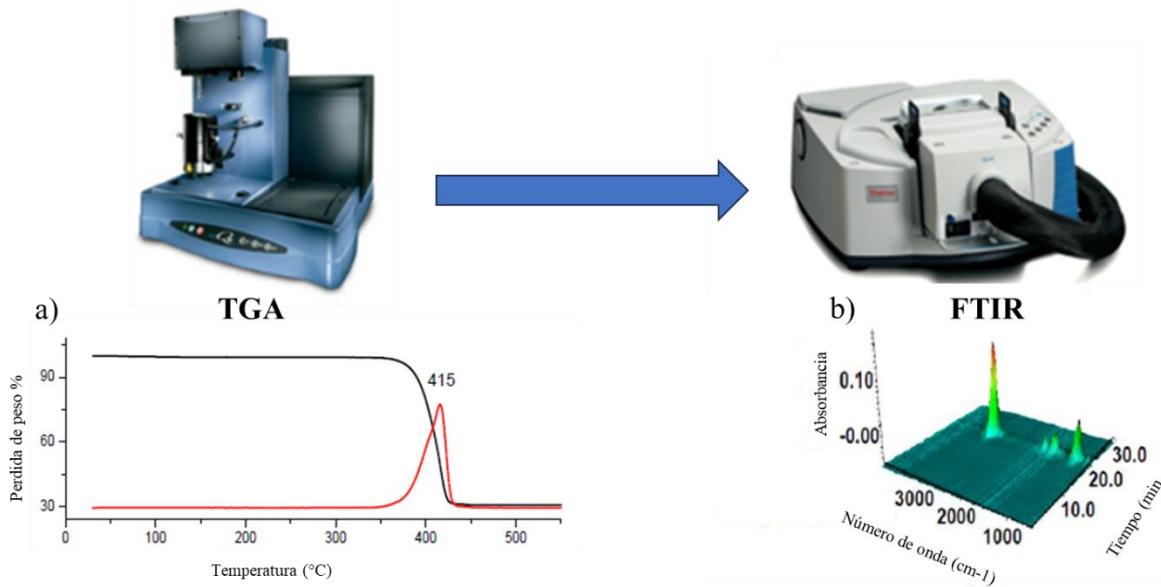
### *Equipamiento*

Los análisis se realizaron mediante la técnica acoplada de análisis termogravimétrico y espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (TGA-FTIR). Se utilizó una termobalanza TA Instruments modelo Q50, conectada a un espectrómetro FTIR Thermo Scientific modelo Nicolet iS10, equipado con un detector DTGS y ventanas de KBr, que permiten el paso de radiación en el rango espectral de interés. (Figura 1)

### *Condiciones experimentales*

Las condiciones de análisis se ajustaron de acuerdo con el tipo de muestra y los objetivos específicos de cada estudio. En términos generales, la técnica permite trabajar desde temperatura ambiente hasta aproximadamente 800 °C, empleando rampas de calentamiento típicamente entre 5 y 20 °C/min. La atmósfera de análisis se selecciona en función del proceso a simular, pudiendo ser nitrógeno, argón, helio o incluso atmósferas reactivas como aire sintético, oxígeno o hidrógeno.

Durante la descomposición térmica, los gases emitidos son transportados a través de una línea calefaccionada a 300 °C hasta la celda de gases del espectrómetro FTIR, donde se registran los espectros en función del tiempo y la temperatura. El rango espectral analizado comprende desde 4000 hasta 400 cm<sup>-1</sup>. (Figura 1)



**Figura 1:** a) Termograma y b) serie de espectros FTIR de una muestra de polietileno comercial.

Esta metodología permite establecer una correlación directa entre los eventos de pérdida de masa detectados por TGA y la composición de los gases identificados por FTIR, brindando así un análisis integral de los fenómenos térmicos y químicos involucrados.

## Resultados y discusión

### *Aplicaciones de la técnica acoplada TGA-FTIR en el análisis de materiales diversos*

Las técnicas acopladas TGA-FTIR han demostrado ser una herramienta integral para el estudio de materiales orgánicos e inorgánicos, tanto en investigación como en aplicaciones industriales. Su mayor fortaleza radica en la capacidad para combinar información térmica y espectroscópica en tiempo real, lo que permite correlacionar la pérdida de masa con la identificación de compuestos volátiles durante procesos térmicos.

Esta metodología es especialmente útil para analizar polímeros, residuos industriales, biomasa, materiales funcionales, adsorbentes y catalizadores, entre otros, proporcionando datos fundamentales para comprender mecanismos de descomposición, evaluar la eficiencia de procesos y optimizar condiciones operativas. Asimismo, su aplicación resulta clave en estrategias de valorización de residuos, permitiendo detectar productos de interés y minimizar la formación de compuestos tóxicos.

En los apartados siguientes, se presentan casos representativos del uso de TGA-FTIR en distintos materiales, evidenciando su versatilidad y su aporte al desarrollo de tecnologías más limpias y sostenibles.

### *1. Análisis de polímeros en procesos de reciclado químico: pirólisis y cracking catalítico*

La técnica TGA-FTIR ha permitido avanzar significativamente en el estudio de polímeros termoplásticos como el polietileno (PE) y poliestireno (PS) en procesos de reciclado químico, incluyendo pirólisis térmica y catalítica y cracking catalítico [1,2].

En la caracterización del polietileno, la técnica facilitó la identificación de gases emitidos en distintas etapas térmicas, tales como hidrocarburos ligeros, CO<sub>2</sub>, CO y compuestos oxigenados [1]. Esta información es fundamental para evaluar la actividad y selectividad de catalizadores y para optimizar las condiciones operativas, buscando minimizar la generación de subproductos no deseados.

En cuanto al poliestireno, estudios recientes demostraron que el uso de catalizadores puede reducir la formación de hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAH), considerados contaminantes [2]. El acoplamiento TGA-FTIR permitió correlacionar las etapas térmicas con la evolución de dichos compuestos, destacando la utilidad de esta técnica para desarrollar procesos de reciclado más sostenibles.

### *2. Aplicación de TGA-FTIR en la pirólisis catalítica de neumáticos fuera de uso*

Los neumáticos fuera de uso constituyen un residuo industrial complejo cuya valorización mediante pirólisis catalítica se beneficia notablemente del uso de TGA-FTIR. Esta técnica permite caracterizar simultáneamente la descomposición térmica y la emisión de gases, facilitando la evaluación integral del proceso.

En estudios realizados con catalizadores metálicos como Ni, Co y Pd soportados en SiO<sub>2</sub>, se identificaron etapas térmicas críticas y se determinaron parámetros cinéticos, mientras que el FTIR detectó hidrocarburos alifáticos y aromáticos, compuestos oxigenados, nitrogenados y sulfurados. La correlación entre pérdida de masa y naturaleza de los gases evidenció la influencia del catalizador en la formación de productos valiosos (limoneno, isopreno) y en la reducción de contaminantes. [3,4]

Este conocimiento es esencial para optimizar condiciones operativas, mejorar la eficiencia y selectividad del proceso, y desarrollar tecnologías sustentables para la gestión de residuos industriales complejos.

### *3. Valorización de biomasa lignocelulósica mediante TGA-FTIR*

La biomasa lignocelulósica representa una fuente renovable con potencial para la obtención de productos químicos y energéticos. La caracterización térmica y química de estos materiales es clave para optimizar su transformación.

En el análisis de festuca cruda y pretratada con ácido fosfórico, la técnica TGA-FTIR permitió identificar las etapas de degradación térmica de celulosa, hemicelulosa y lignina, así

como detectar la liberación de grupos funcionales como carbonilos, ácidos carboxílicos y compuestos furánicos. Esta información integral facilitó evaluar el efecto del pretratamiento sobre la composición y reactividad de la biomasa [5].

Los datos obtenidos orientaron procesos posteriores de pirólisis e hidrogenación catalítica para la producción de compuestos de valor agregado como biofurfural, subrayando el papel de TGA-FTIR en la estrategia de valorización térmica de biomasa.

#### *4. Materiales funcionales y adsorbentes*

En la caracterización de materiales adsorbentes híbridos, como fosfato de calcio y quitosano [6], el uso combinado de TGA y FTIR ha sido crucial para evaluar estabilidad térmica y detectar grupos funcionales activos durante la adsorción. Aunque no siempre se emplea un acoplamiento simultáneo, la integración de ambas técnicas permite analizar cambios estructurales y funcionales durante tratamientos térmicos.

Estos estudios contribuyen a ajustar condiciones de operación y prever el desempeño de los adsorbentes en aplicaciones reales, como el tratamiento de aguas contaminadas con fluoruro u otros aniones, optimizando eficiencia y durabilidad.

#### *5. Catalizadores y materiales fotocatalíticos*

La técnica TGA-FTIR ha sido ampliamente utilizada para caracterizar catalizadores heterogéneos y fotocatalizadores, especialmente en etapas de síntesis, activación térmica y evaluación de estabilidad. Permite monitorear degradación térmica y liberación de compuestos volátiles, correlacionando eventos térmicos con cambios estructurales o químicos esenciales para el diseño racional de materiales funcionales.

En fotocatalizadores basados en carbón activado y óxidos metálicos dopados, TGA-FTIR ha ayudado a evaluar eliminación de residuos orgánicos post-síntesis, confirmar presencia de precursores y caracterizar la superficie activa, lo cual es clave para determinar temperaturas óptimas de activación y estabilidad.

Estudios complementarios, como el de Manrique-Holguín et al. [7] en TiO<sub>2</sub> dopado con nitrógeno, integraron técnicas espectroscópicas y estructurales para correlacionar composición química y actividad, evidenciando que la absorción en visible no siempre se traduce en mayor actividad fotocatalítica.

Además, investigaciones como las de Alvear-Daza et al. [8], reconocen el valor de las técnicas acopladas para optimizar activación y funcionalización de materiales porosos, destacando la técnica como herramienta fundamental en el desarrollo de fotocatalizadores más eficientes y sostenibles.

## Conclusiones

La técnica TGA-FTIR se consolida como una herramienta multidisciplinaria y altamente versátil, con capacidad para adaptarse a la caracterización de materiales con composiciones y propiedades muy diversas. Su aplicación se extiende desde plásticos y residuos agroindustriales hasta materiales funcionales, adsorbentes y catalizadores. La posibilidad de obtener información simultánea sobre los cambios térmicos y la composición gaseosa convierte a esta técnica en un recurso fundamental tanto para la investigación científica como para la enseñanza de la química experimental. En un contexto donde el análisis integral, la sostenibilidad y la revalorización de residuos cobran cada vez mayor importancia, TGA-FTIR ofrece una metodología robusta, flexible y con amplio potencial de aplicación.

## Agradecimientos

Se agradece a la Comisión de Investigaciones Científicas de la Provincia de Buenos Aires (CIC), al Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET) y a la Facultad de Ciencias Exactas de la Universidad Nacional de La Plata (UNLP) por el apoyo institucional y financiero brindado.

## Referencias

- [1] C. Fuentes, P. Vázquez, J.E. Sambeth en actas XXI Congreso Argentino de Catálisis y X Congreso de Catálisis del Mercosur. Santa Fe (2019).
- [2] C. Fuentes; E. Colman Lerner; P. Vazquez; J. E. Sambeth; Catalysis Today 372 (2021) 175 – 182
- [3] P. Osorio-Vargas, I.D. Lick, F. Sobrevía, D. Correa-Muriel, T. Menares, R. Manrique, M.L. Casella, L.E. Arteaga-Pérez; Waste Biomass Valor 12 (2021). 6465–6479
- [4] P. Osorio-Vargas, T. Menares, I. D. Lick, M.L. Casella, R. Romero, R.Jiménez, L.E. Arteaga-Perez; Catalysis Today 372 (2021) 164–174
- [5] J.J. Musci, A.I. Casoni, V.S. Gutiérrez, M.A. Ocsachoque, A.B. Merlo, M.A. Volpe, I.D. Lick, M.L. Casella; Chemistry Select 7, 41 (2022)
- [6] C.C. Lobo, J.E. Colman Lerner, N.C. Bertola, N.E. Zaritzky; International Journal of Biological Macromolecules 264 (2024) 130553
- [7] M. Manrique-Holguin, J.J. Alvear-Daza, J.C. Murillo Sierra, K.G. Irvicelli, A. Canneva, J.A. Donadelli, H.A. Valencia, V. Melin, C.H. Campos, C.C. Torres, L.R. Pizzio, David Contreras, and J.A. Rengifo-Herrera; The Journal of Physical Chemistry C, 28, 13, (2024) 5597–5610
- [8] J.J. Alvear-Daza , V. Melin , K.G. Irvicelli , J.C. Murillo-Sierra, A. Canneva; J.A. Donadelli, C.H. Campos, C.C. Torres, D. Contreras, A. Celzard, V. Fierro, L.R. Pizzio, J.A. Rengifo-Herrera; Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry., 462, (2025) 1162