

**TECNOLÓGICO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE TIANGUISTENCO
DIVISIÓN DE INGENIERIA INDUSTRIAL**

*“Análisis y obtención de partículas poliméricas sintetizadas por
plasma de resplandor”*

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERO INDUSTRIAL

PRESENTA:

“Mauri Jeanpaul Ramirez Alvarado”

DIRIGIDA POR:

“Dra. Maribel González Torres”

“Dra. Cristina Arely De León Condes”

Tianguistenco, Estado de México, *abril 2022*

Agradecimientos

Al Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares por brindarme la oportunidad de realizar parte de este trabajo en sus instalaciones.

Al C. Jorge Pérez por su amabilidad y disposición para la obtención de los análisis SEM.

Al Ing. Rafael Basurto por los análisis obtenidos para el estudio XPS.

A mi asesora, la Dra. Maribel, por darme la confianza y el aliento día con día para seguir adelante, orientarme en los conocimientos adquiridos y ayudarme a mejorar en mis habilidades profesionales.

A todos mis profesores, que a lo largo de mi formación compartieron de sus conocimientos y experiencias profesionales para mejorar mi aprendizaje y aplicarlo correctamente.

Para el maestro Jesús, por permitirme seguir con vida para lograr mis metas y objetivos, gracias, Dios por escucharme, cuidarme y protegerme para no dejarme caer y buscar siempre la fuerza necesaria en ti. Gracias.

Para mis padres; Crispín y Teresa, por ser el motor de cada día en mi vida para seguir adelante, quienes con sus consejos, palabras y acciones aportaron a mi formación profesional. A ellos les dedico este logro, porque ellos son autores de mi vida y merecedores de este reconocimiento.

A mis hermanos, Rodrigo, Irving, Alexis y Adonis, quienes con cada risa, regaño y apoyo mutuo lograron aliviarme en mis días más oscuros, alentarme cuando más lo necesitaba y aconsejarme cuando cometía errores. Gracias, hermanos.

Para mis tías Inés, Olga e Irma ya que sus palabras me motivan a ser mejor persona, a crecer como persona y que para mí son como una segunda madre, por todo su apoyo infinito, gracias.

A mis amigos, Paola, Jorge, Alejandro, Cynthia, Diana, Miriam, Katherine y Karina por estar a lo largo de la carrera conmigo, apoyarme y no dejarme solo cuando más los necesitaba, por brindarme la confianza y el cariño enorme, por su lealtad y por todo lo que con palabras no se describe, gracias a todos.

Finalmente, a la Fam. Rivera Alvarado, Fam. Juárez Hernández y Fam. Martínez Martínez, por ayudarnos en los momentos de crisis que vivimos con mi familia y mantenernos en sus plegarias, gracias por su apoyo incondicional y que dios los bendiga.

“Y el SEÑOR te guiará continuamente, saciará tu deseo en los lugares áridos y dará vigor a tus huesos; serás como huerto regado y como manantial cuyas aguas nunca faltan.”

Isaías 58:11

Resumen

La síntesis por plasma se ha vuelto uno de los métodos más eficientes para la obtención de material sin impurezas, en este trabajo se analizaron las características morfológicas, superficiales y estructurales de las partículas poliméricas sintetizadas por plasma de resplandor.

Se analizó el material obtenido del copolímero PEG/PPy y de los polímeros PAn y PAI a potencias de 40, 60, 80 y 100 W donde se visualiza una aglomeración de partículas, los tamaños de las partículas de manera general oscilan en un rango de 0.17 μm a 1.33 μm , determinando así que a mayor potencia es menor el diámetro de las partículas. Por la técnica TEM se visualizó que las partículas de PEG/PPy a 100 W cuentan con núcleo coraza en algunos casos y son cuasi esféricas, obteniendo partículas nanométricas con tamaños promedio de 93.12 nm y 89.91 nm.

En la técnica de caracterización mediante EDS elementos como C, O, N y I fueron identificados. En el análisis IR-ATR se encontraron grupos funcionales químicos OH, CH, NH, C=C, CO y CC mientras que por la técnica de caracterización XPS se encontraron en la superficie elementos como C, N, O, I y Si, lo anterior sugiere que se tiene como resultado la obtención de partículas poliméricas con potencial biológico.

Abstract

Plasma synthesis has become one of the most efficient methods for obtaining material without impurities. In this work, the morphological, surface and structural characteristics of the polymeric particles synthesized by plasma were analyzed.

The material obtained from the PEG / PPy at powers of 40, 60, 80 and 100 W copolymer and the PAn and PAI polymers were analyzed, agglomeration of particles was visualized. As the power of synthesis is increased the particles diameter is reduced. The sizes of the particles oscillate in the range from 0.17 μm to 1.33 μm , this determining that the higher the power the smaller the diameter of the particles.

By the TEM technique, it was visualized that the PEG / PPy particles at 100 W have a shell core in some cases and are quasi-spherical, obtaining nanometric particles with an average size of 93.12 nm and 89.91 nm. In the EDS characterization technique elements such as C, O, N and I were founded.

In the IR-ATR analysis, functional chemical groups OH, CH, NH, C = C, CO and CC were found, while by the XPS characterization technique elements such as C, N, O, I and Si were found on the surface, giving as a result the obtaining of polymeric particles with biological potential.

Índice

CAPITULO I	12
Introducción	13
Planteamiento del problema	14
Justificación	15
Hipótesis	16
Objetivos	17
Objetivo General.....	17
Objetivos Específicos.....	17
CAPITULO II	18
Plasma	19
Tipos de plasma	20
Plasma luminiscente	21
Definición de polímeros	22
Tipos de polímeros	23
Monómeros con potencial biológico	24
Pirrol	24
Etilenglicol	24
Anilina	25
Alilamina.....	26
Polimerización por plasma	26
Definición de partículas	27
Tipos de partículas	27
Partículas obtenidas por plasma	28
Técnicas de caracterización.....	30
Definición de copolímeros.....	¡Error! Marcador no definido.
CAPITULO III	33
Metodología.....	34
Síntesis por plasma de partículas poliméricas.....	36
Caracterización de los materiales	42
Análisis Morfológico	43
a) <i>Microscopía óptica</i>	43

<i>b) Microscopía Electrónica de Barrido</i>	43
<i>d) Tamaño de partícula</i>	44
Análisis Estructural	44
<i>a) Espectroscopia de Energía Dispersiva</i>	44
<i>b) Espectroscopia Infrarroja</i>	44
<i>c) Espectroscopia Foelectrónica de Rayos X</i>	45
CAPITULO IV	46
Resultados y discusión	47
Preparación	47
Experimentación	48
a) PEG/PPy	48
b) PAI.....	49
c) PAn.....	50
d) PEG	50
Partículas obtenidas	51
a) Gramajes	51
b) Morfología.....	53
Estructura Atómica.....	61
Distribución de tamaños de partícula	62
Partículas de PEG/PPy	62
Partículas de PAn.....	65
Partículas de PAI.....	66
TEM.....	68
Partículas de PEG/PPy	68
Análisis estructural	70
Estructura Superficial	77
Espectroscopia Foelectrónica de Rayos X (XPS).....	77
Costos de experimentación	82
CAPITULO V	83
Conclusiones	84
Competencias aplicadas.....	86

Referencias..... 88

Índice de figuras

Figura 1 Tipos de plasma, fuente elaboración propia.	20
Figura 2 Esquema de obtención de plasma luminiscente, fuente, Villanueva et, al, 2017	21
Figura 3 Colisión de partículas entre el sector catódico y anódico, fuente, Perez et, al, 2020 ..	22
Figura 4 Esquema representativo de polímeros ramificados (a) y reticulados (b), fuente, Billmeyer 2020.	22
Figura 5 Molécula de polipirrol, compuesta de 4 átomos de carbono (negro) y uno de nitrógeno (azul), fuente, elaboración propia.	24
Figura 6 Molécula de etilenglicol compuesta de dos átomos de oxígeno (rojo) y dos átomos de carbono (negros), fuente, elaboración propia.....	25
Figura 7 Molécula de anilina, compuesta por 6 átomos de carbono (negro) y uno de nitrógeno (azul), fuente, elaboración propia.	25
Figura 8 Molécula de alilamina, compuesta por 3 átomos de carbono y uno de nitrógeno, fuente, elaboración propia.	26
Figura 9 Partículas observadas con SEM de Polifurano obtenidas a potencias de 20, 40, 80 y 120 watts, fuente, Olayo, et, al, 2015.	28
Figura 10 material después de la polimerización (a), aglomeración de partículas (b), micrografía por SEM (c), micrografía por TEM (d), fuente, Cruz, et, al, 2010.....	29
Figura 11 Morfología del pirrol, (a) micrografía obtenida por SEM, (b) micrografía obtenida por TEM, en (a) se observa la aglomeración de las partículas del pirrol y en (b) se puede apreciar los diámetros aproximados de las mismas, fuente, Gómez, et, al, 2014.....	30
Figura 12 Microscopia electrónico de barrido y su esquema de funcionamiento, fuente, González 2006.....	31
Figura 13 Cronología de las actividades a realizar para la obtención de partículas por plasma, fuente, elaboración propia.	34
Figura 14 Diagrama para el seguimiento de la caracterización de las partículas obtenidas por plasma, fuente, elaboración propia.	35
Figura 15 Representación gráfica del reactor y sus componentes periféricos para su funcionamiento. Fuente, elaboración propia.....	37
Figura 16 Diagrama de flujo para el armado del reactor de síntesis por plasma, fuente, elaboración propia.....	38
Figura 17 Cursograma analítico para el armado del reactor, fuente, ININ.	39
Figura 18 Cursograma analítico para la conexión del reactor, fuente, ININ.....	40
Figura 19 Interacción del monómero con el reactor (campo eléctrico), fuente, elaboración propia.	41
Figura 20 Diagrama de flujo para la obtención de los polímeros por plasma, fuente, elaboración propia.	42
Figura 21 Cronología para la descripción de los resultados obtenidos, fuente, elaboración propia.	47
Figura 22 Reactor de polimerización por plasma conectado para iniciar el proceso de polimerización. fuente, elaboración propia.....	48

Figura 23 Película obtenida de la combinación de PEG/PPy después del proceso de síntesis por plasma, fuente, elaboración propia.	49
Figura 24 Material obtenido en forma de película (pulverizado debido a la fragilidad) de la combinación de PEG/PPy, fuente elaboración propia.	49
Figura 25 Película obtenida de la síntesis por plasma de PAI, fuente, elaboración propia.	50
Figura 26 Película obtenida del proceso de síntesis por plasma de PAn, fuente, elaboración propia.	50
Figura 27 Película obtenida al final de la síntesis por plasma de PEG, fuente, elaboración propia.	51
Figura 28 Película de PEG/PPy obtenida a 40 W a 10,000 aumentos, fuente, elaboración propia.	53
Figura 29 Morfología de partículas de PEG/PPy sintetizadas a 40 W, fuente, elaboración propia.	54
Figura 30 Morfología de las partículas de PEG/PPy 60 W, fuente, elaboración propia.	54
Figura 31 Morfología de partículas de película de PEG/PPy 60 W, fuente, elaboración propia.	55
Figura 32 Morfología de partículas de PEG/PPy sintetizadas a 80 W, fuente, elaboración propia.	55
Figura 33 Morfología de partículas de PEG/PPy sintetizadas a 80 W, fuente, elaboración propia.	56
Figura 34 Morfología de partículas de PEG/PPy sintetizadas a 100 W, fuente, elaboración propia fuente, elaboración propia.	56
Figura 35 Aglomeración de partículas de PEG/PPy sintetizadas a 100 W, fuente, elaboración propia.	57
Figura 36 Aglomeración de partículas de PAn y formación de cadenas cortas relacionadas entre sí, fuente, elaboración propia.	57
Figura 37 Morfología de partículas de PAn a 80 W, red de partículas ramificadas, fuente, elaboración propia.	58
Figura 38 Morfología de partículas de PAI a 80 W, formación de una red de partículas, fuente, elaboración propia.	58
Figura 39 Morfología de PAI a 80 W, fuente, elaboración propia.	59
Figura 40 Morfología de partículas obtenidas a 100 W, fuente, elaboración propia.	59
Figura 41 Morfología de partículas obtenidas a 100 W, se visualizan diferentes tamaños de ellas, fuente, elaboración propia.	60
Figura 42 Aglomeración de partículas de PAI a 100 W, fuente, elaboración propia.	60
Figura 43 Distribución del diámetro promedio de partículas sintetizadas a 40 W, fuente, elaboración propia.	63
Figura 44 Distribución del diámetro promedio de partículas sintetizadas a 80 W, fuente, elaboración propia.	63
Figura 45 Distribución del diámetro promedio de partículas sintetizadas a 100 W, fuente, elaboración propia.	64
Figura 46 Comparación de diámetros de partículas de PEG/PPY, fuente, elaboración propia.	65
Figura 47 Distribución del diámetro promedio de partículas sintetizadas a 80 W, fuente, elaboración propia.	66

Figura 48 Distribución del diámetro promedio de partículas sintetizadas a 80 W, fuente, elaboración propia.....	67
Figura 49 Distribución del diámetro promedio de partículas sintetizadas a 100 W, fuente, elaboración propia.....	67
Figura 50 Comparación de diámetros de partículas de PAI, fuente, elaboración propia.	68
Figura 51 Morfología obtenida por TEM, se visualiza la formación de cadenas no lineales, fuente, elaboración propia.	69
Figura 52 Visualización de partículas de PEG/PPy con núcleo coraza, fuente, elaboración propia.	69
Figura 53 Espectro de IR del monómero de Pirrol, fuente, elaboración propia.	70
Figura 54 Espectro de IR del monómero de Etilenglicol, fuente, elaboración propia.	71
Figura 55 Espectro de en la comparación de los grupos químicos funcionales obtenidos en Pirrol, Etilenglicol y PEG/PPy, fuente, elaboración propia.	72
Figura 56 Espectro de en la comparación de los grupos químicos funcionales obtenidos en las partículas de PEG/PPy, fuente, elaboración propia.	73
Figura 57 Espectro de IR del monómero Anilina, fuente, elaboración propia.	74
Figura 58 Espectro de IR en la comparación de los grupos químicos funcionales obtenidos en Anilina y PAn, fuente, elaboración propia.	75
Figura 59 Espectro de IR del monómero Alilamina, fuente, elaboración propia.	76
Figura 60 Espectro de IR en la comparación de los grupos químicos funcionales obtenidos en Alilamina y PAI, fuente, elaboración propia.	77
Figura 61 Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) del material PEG/PPy a 40 W, fuente, elaboración propia.	78
Figura 62 Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) del material PEG/PPy a 80 W, fuente, elaboración propia.	79
Figura 63 Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) del material PEG/PPy a 100 W, fuente, elaboración propia.	79
Figura 64 Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) del material PAn a 80 W, fuente, elaboración propia.....	80
Figura 65 Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) del material PAI a 80 W, fuente, elaboración propia.....	81
Figura 66 Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) del material PAI a 100 W, fuente, elaboración propia.....	81

Índice de tablas

Tabla 1 Potencia y tiempo de trabajo para la obtención de partículas por plasma, donde se realizaron incrementos de 20 W, el tiempo se mantuvo constante, fuente, elaboración propia.	48
Tabla 2 Cantidad en gr y mgr de partículas y película obtenidos en la síntesis de PEG/PPy, fuente, elaboración propia.	51
Tabla 3 Gramaje obtenido en gr y mgr en partículas y película de PAI, fuente, elaboración propia.	52
Tabla 4 Partículas y película obtenidas al finalizar la síntesis por plasma de PAn, fuente, elaboración propia.	52
Tabla 5 Cantidad en gr y mgr obtenidos de PEG al final de la síntesis por plasma, fuente, elaboración propia.	53
Tabla 6 Cantidad en gr y mgr obtenidos de PAI/PEG al final de la síntesis por plasma, fuente, elaboración propia.	53
Tabla 7 Contenido elemental en % atómico promedio de PEG/PPy, fuente, elaboración propia.	61
Tabla 8 Contenido elemental en % atómico promedio de PAn, fuente, elaboración propia.	61
Tabla 9 Contenido elemental en % atómico promedio de PAI, fuente, elaboración propia.	62
Tabla 10 Costo total de la experimentación para obtener partículas poliméricas de PEG/PPy, PAI y PAn, fuente, elaboración propia.	82

CAPITULO I

Introducción

En el mundo moderno, la búsqueda de nuevos materiales y la modificación de los ya existentes se ha convertido en uno de los principales intereses de investigación científica e industrial, como ejemplo se tiene el PET, material sintético, orgánico que se encuentra en cualquier lugar, hogar, institución e industria. Sin embargo, debido al tiempo que este material tarda en degradarse representa un grave problema ambiental.

En tiempos recientes nuevas formas de obtención de polímeros han sido desarrolladas, una de ellas es el plasma, utilizado en múltiples aplicaciones como: síntesis, modificación superficial, formación de recubrimientos, técnicas de dopaje entre otras.

En el marco de las aplicaciones biológicas se requieren polímeros libres de contaminantes externos (iniciadores, terminadores y catalizadores) para que se evite provocar reacciones adversas en los sistemas biológicos. Al sintetizar polímeros por medio de plasma las reacciones químicas de polimerización son promovidas únicamente por la energía del plasma y su interacción con los monómeros de partida, este tipo de síntesis representa una alternativa para su uso como biomateriales.

Los polímeros sintetizados por plasma forman estructuras complejas con entrecruzamiento intenso; este tipo de polímero generalmente se obtiene como película delgada, aunque también se pueden obtener partículas en la síntesis por plasma.

En este trabajo se estudia y analiza la síntesis y caracterización de partículas obtenidas por medio de polimerización por plasma.

Planteamiento del problema

La polimerización por plasma es un proceso en donde los polímeros formados a partir de este método son diferentes a comparación de los polímeros convencionales ya que por sus características se les puede considerar un tipo único de polímero. Durante el transcurso del siglo XXI, en México y el campo de la investigación científica como parte del desarrollo tecnológico, se han realizado avances de importancia respecto al uso de los biopolímeros y sus aplicaciones.

Una de las investigaciones más importantes está en la síntesis de partículas poliméricas por plasma para el tratamiento de Lesión Traumática de Médula Espinal, donde se utilizó polipirrol dopado con yodo, este material se presenta como alternativa de implante para la recuperación de la zona dañada paulatinamente. (Medina, et al, 2018)

No obstante, los elevados costos de los biopolímeros, su poca resistencia a comparación de los polímeros convencionales y las posibles reacciones que ocasionan a los sistemas biológicos representan un reto en sus diferentes aplicaciones.

Para solucionar parcialmente este problema se propone el uso de síntesis por plasma para la obtención de partículas poliméricas con posible potencial biológico. Sin embargo, no se conoce las cantidades específicas de las partículas obtenidas, además de las características propias de estas. Aún después de todo lo estudiado, ¿Todas las partículas poliméricas sintetizadas por plasma de resplandor tienen potencial biológico?

Justificación

Uno de los avances más importantes del siglo XX fue el uso de los polímeros para aplicaciones industriales, comerciales y actividades cotidianas. Una rama de particular interés para el desarrollo de polímeros es la de biomedicina.

Actualmente se están investigando diferentes polímeros y combinaciones de materiales orientados a este tipo de aplicaciones, estos estudios ya han generado grandes avances, sin embargo, aún se cuenta con ciertos desafíos en cuanto al desarrollo de materiales totalmente compatibles con el cuerpo humano.

En la experimentación reciente se ha optado la polimerización por plasma luminiscente, para obtener polímeros con cadenas lineales, ramificadas o redes interconectadas. La formación de estas películas a base de plasma presenta diferencia en las propiedades fisicoquímicas al compararlos con los polímeros sintetizados de forma química o electroquímica, estas diferencias definirían sus posibles aplicaciones en la biomedicina.

El uso de plasma para la obtención de partículas permite que no existan contaminantes externos (iniciadores, terminadores y catalizadores), por ello es importante estudiar este tipo de partículas, ya que son partículas formados meramente por la reacción de los monómeros con la energía del plasma, podrían ser usadas como materiales para implante ya que estas pueden ser menos perjudiciales para el cuerpo humano presentando mayor probabilidad de compatibilidad, además de ser útiles para otras aplicaciones.

El estudio acerca de las partículas poliméricas sintetizadas por plasma de resplandor permitirá conocer el potencial biológico al saber cuáles son las características morfológicas, superficiales y estructurales que presentan.

Hipótesis

Con la síntesis por plasma de polímeros se pueden obtener partículas con potencial biocompatible.

Objetivos

Objetivo General

Analizar las características morfológicas, superficiales y estructurales de las partículas poliméricas obtenidas por plasma de resplandor.

Objetivos Específicos

- a) Investigar los conceptos básicos de plasma, polímeros, partículas y técnicas de caracterización.
- b) Seleccionar los monómeros con potencial biocompatible.
- c) Obtener las partículas poliméricas por plasma de resplandor.
- d) Determinar la morfología y tamaños de las partículas.
- e) Analizar la estructura de las partículas.
- f) Estudiar las propiedades superficiales de las partículas.
- g) Analizar los resultados obtenidos

CAPITULO II

Plasma

En 1752, Benjamin Franklin descubrió el origen del rayo eléctrico, Michael Faraday por su parte; en su experimento de descargas en arco observó que, al bajar la presión pasaban a emitir una luz difusa. William Crookes, con el estudio de descargas eléctricas a baja presión llamó al plasma gas radiante; todos estos científicos, incluyendo a J. J. Thompson con el descubrimiento del electrón (primer modelo atómico) sin notarlo aún contribuyeron al descubrimiento del plasma, que fue nombrado de manera oficial en 1920 por Irving Langmuir. (Tanarro, 2011)

Considerado el cuarto estado de la materia, el plasma es un gas parcialmente ionizado y que contiene partículas neutras. Este se produce a causa de la diferencia de potencial en el ambiente, lo que ocasiona que existan una colisión entre las partículas y se genere un campo eléctrico; donde se observan los rayos o destellos de luz mejor conocido como el efecto fotoeléctrico. (Bogaerts, et,al, 2002)

Aunque no se puede considerar plasma a cualquier gas ionizado, F. Chen define al plasma como un gas casi neutral cargado de partículas neutras que exhiben un comportamiento colectivo entre sí.

El 99% de la materia en el universo se encuentra en estado de plasma, materia como el hidrogeno interestelar, nebulosas de gas e incluso las atmosferas se encuentran en plasma. Algunos ejemplos cotidianos de plasma se encuentran en los rayos, auroras boreales y el sol.

Tipos de plasma

Debido a que la temperatura es parte fundamental de los plasmas existentes, se puede clasificar a estos en térmicos y no térmicos.

Plasmas térmicos (de alta energía): Son considerados aquellos con mayor grado de ionización y producidos a mayor presión, esto hace que la temperatura de electrones y partículas pesadas se igualen debido al gran número de impactos entre ellos.

Plasmas de baja energía: Son caracterizados por ser plasmas de baja presión y con menor ionización, aquí, los electrones tienen una temperatura mayor que las partículas pesadas, lo que produce un desequilibrio térmico. (de los Arcos, 2011)

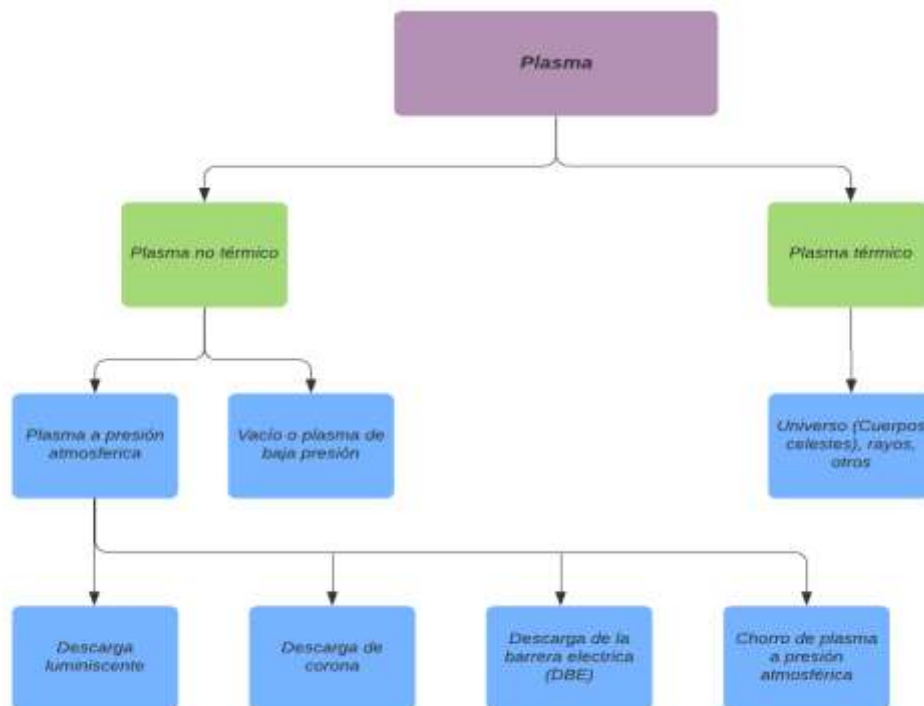


Figura 1 Tipos de plasma, fuente elaboración propia.

Plasma luminiscente

Es preciso que para lograr el plasma luminiscente exista una ruptura eléctrica del material, al aplicar un voltaje a dos electrodos que superan la resistencia dieléctrica del material situado entre ellos, se logra la descarga luminiscente. Dicho voltaje se obtiene del estado cuasi resonante de la resistencia de la carga del circuito bresonante y un transformador. (Villanueva, et, al, 2017)

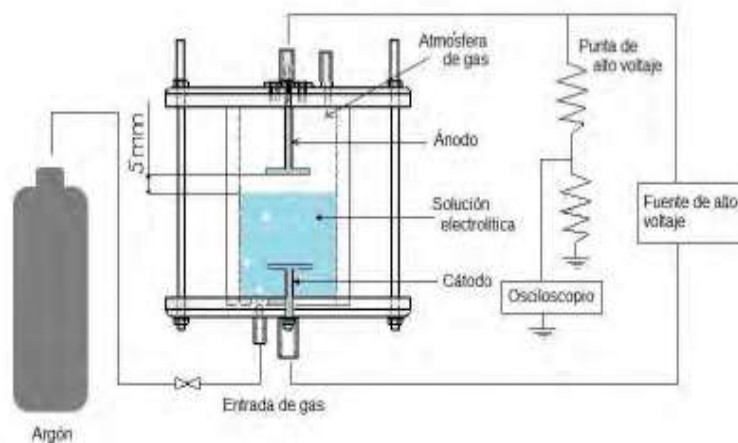


Figura 2 Esquema de obtención de plasma luminiscente, fuente, Villanueva et, al, 2017

Este campo eléctrico generador puede ser aplicado a través de acoplamientos resistivos, capacitivos, inductivos o sus combinaciones. Lo que ocasiona la emisión de los electrones se debe a la colisión entre partículas.

Las descargas luminiscentes se caracterizan por tres sectores; catódico, anódico y columna positiva, los catódicos surgen a consecuencia de la emisión del cátodo y la ionización del gas, además son parte fundamental de la corriente eléctrica. El sector anódico se sitúa de manera directa junto al nodo del tubo, así, el plasma que se encuentra desde el sector catódico hasta el anódico forma una columna positiva del resto de las partes de la descarga. (Smirnov, 2007) (Boyd, et, al, 2003)

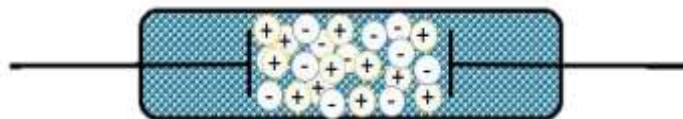


Figura 3 Colisión de partículas entre el sector catódico y anódico, fuente, Perez et, al, 2020

Definición de polímeros

Desde la antigüedad, en Grecia, se conocía ya a los polímeros, aún sin darse cuenta, el hombre antiguo trabajaba con ellos, pues los alquimistas daban importancia a la obtención de minerales provenientes de fuentes vegetales o animales (polímeros naturales). Fue entonces que surgió el concepto polímero, proveniente del griego Poli (mucho) y mero (partes). (Seymour, 2021)

Billmeyer define en su libro a los polímeros como una gran molécula compuesta de pequeñas unidades químicas simples repetidas entre sí. Esta repetición se puede dar de manera lineal, formando pequeños eslabones que asimilan la forma de una cadena, también, existen cadenas ramificadas interconectadas que asemejan la forma de retículos tridimensionales.

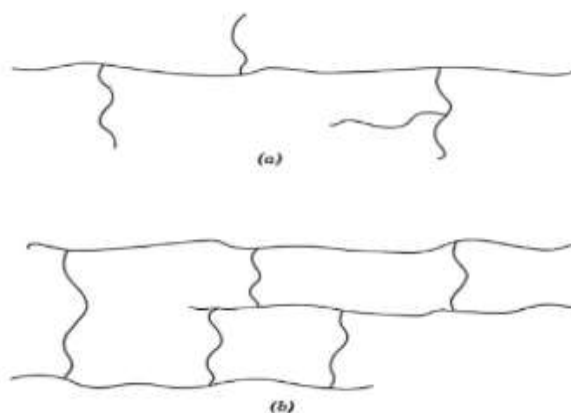


Figura 4 Esquema representativo de polímeros ramificados (a) y reticulados (b), fuente, Billmeyer 2020.

Tipos de polímeros

Hoy en día, se consideran únicamente dos tipos de polímeros de acuerdo con su procedencia; naturales y sintéticos.

Polímeros naturales: Como su nombre lo dice, son obtenidos de manera natural a diferencia de los sintéticos, se caracterizan por su alta biodegradabilidad y biocompatibilidad. Desde la antigüedad se comenzaron a utilizar estos polímeros naturales encontrados en el asfalto, el ámbar, resinas y mastique de gomas; se denominaron coloidales debido a que son obtenidos de manera cristalina, a tal grado de que fueron llamados “el estado cristalino de la materia”. (Billmayer,2020)

Polímeros sintéticos: En la industria del petróleo moderna, del 30% al 35% del petróleo original se puede recuperar en algunas otras aplicaciones, generando materiales de uso cotidiano, industrial, etc. Los polímeros sintéticos surgen desde 1860, cuando los científicos despertaron un interés en estudiar sustancias poliméricas, descubrieron que los polímeros sintéticos están constituidos por una cadena de distintos pesos moleculares, denominados “Polidispersos”. (Billmayer,2020) (Seymour, 2021) (Barrera, 2021).

Definición de copolímeros

Se le conoce como copolímero a la unión de dos o más monómeros en el proceso de polimerización, o bien, un polímero con dos más tipos de unidades repetitivas en la misma cadena. El resultado de la síntesis de copolímeros ofrece propiedades específicas que un monómero es incapaz de ofrecer por sí solo. (Redondo, 2018)

Monómeros con potencial biológico.

Un biomaterial se le considera a cualquier sustancia o la unión de varias sustancias que pueden ser naturales o creadas por el hombre con el fin de actuar con los sistemas biológicos, esto con el objetivo de cumplir alguna función en el cuerpo humano. (Pérez, et, al, 2018)

Entre los polímeros sintetizados por plasma con potencial biomédico se tiene:

Pirrol: Se conforma por cuatro átomos de carbono (gris) y uno de nitrógeno (azul), es uno de los más utilizados para la síntesis de polímeros conductores, esto gracias a su estabilidad térmica, resistencia a la oxidación y aparentes propiedades mecánicas. Se puede elaborar a partir de soluciones acuosas electrolíticas y solventes orgánicos. (D'Arrigo, 2019).

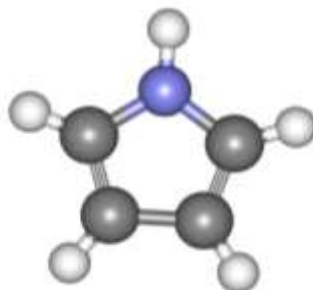


Figura 5 Molécula de polipirrol, compuesta de 4 átomos de carbono (negro) y uno de nitrógeno (azul), fuente, elaboración propia.

Etilenglicol: Es utilizado principalmente en las industrias dedicadas a la síntesis de farmacéuticos, polímeros, pinturas, cosméticos y además se utiliza como anticongelante en los aeropuertos para fungir como agente de deshielo. (Ardilla Arias, et, al, 2016). Sepulveda menciona que este monómero está formado por dos grupos de hidroxilo, se

caracteriza también por su disolución en agua; se compone de dos partículas de oxígeno, y dos de carbono.

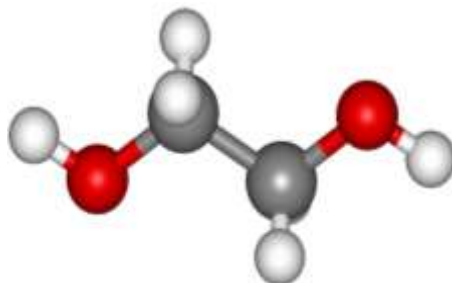


Figura 6 Molécula de etilenglicol compuesta de dos átomos de oxígeno (rojo) y dos átomos de carbono (negros), fuente, elaboración propia.

Anilina: Se caracteriza por ser un polímero con composición orgánica y que posee un alto grado de conductividad eléctrica, su aplicación en gran parte se debe a que sus dobles enlaces (anillo aromático) permiten la conductividad eléctrica y esto ayuda para la creación de celdas de combustible de electrodos. (Restrepo, et, al, 2005). Se utiliza para fabricar una amplia variedad de productos químicos, barnices y pinturas sintéticas; se produce comúnmente como un tipo de subproducto derivado de las industrias de petróleo, papel, carbón y química. (Medina, 2021)

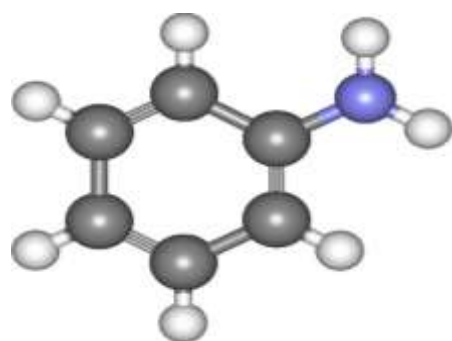


Figura 7 Molécula de anilina, compuesta por 6 átomos de carbono (negro) y uno de nitrógeno (azul), fuente, elaboración propia.

Alilamina: Se caracteriza por ser susceptible a polimerizarse por todos los métodos tradicionales, el aspecto físico de la alilamina es líquido y puede llegar a ser irritante; es soluble en agua y con apariencia de color acre. Como parte de los principales usos de la alilaminase encuentra el uso para tratamientos terapéuticos, en la disolución de ácido úrico y como acaparador de ácido biliar. (González, 2016)

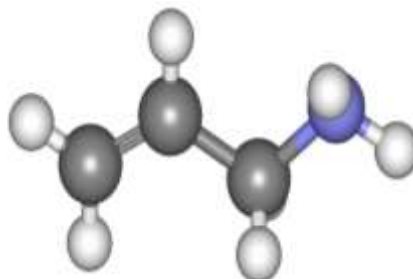


Figura 8 Molécula de alilamina, compuesta por 3 átomos de carbono y uno de nitrógeno, fuente, elaboración propia.

Durante los últimos años el interés y desarrollo de los polímeros conductores ha crecido de manera exponencial, esto es debido a todas las características que estos poseen, ya que pueden ser utilizados en diferentes aplicaciones, una de estas aplicaciones son las biomédicas. Los polímeros conductores son macromoléculas que tienen una estructura conjugada enlaces dobles $C=C$, o triples $C\equiv C$, a lo largo de toda su estructura, este tipo de estructura los dota con la posibilidad de transferir cargas eléctricas, mismas que se pueden adaptar fácilmente con aquellas transmisiones eléctricas del cuerpo humano. Los monómeros descritos anteriormente tienen la capacidad de formar polímeros capaces de transferir cargas eléctricas y ser usados para aplicaciones biomédicas. (Kenry, et, al, 2018)

Polimerización por plasma

Desde hace ya varios años, la polimerización por plasma se ha utilizado para obtener polímeros no lineales, esto favorece para la adherencia y la proliferación celulares debido

a los múltiples grupos funcionales producidos por la polimerización por plasma. Al realizarse la polimerización por plasma las películas o partículas obtenidas se adhieren a la superficie del material (sustrato), los monómeros orgánicos son sometidos a bajas presiones y descargas de gas ionizado, dando como resultado la obtención de partículas completamente esterilizadas. Toda modificación o reacción depende de los químicos integrados, la cantidad y el nivel de energía. (Ramírez, et, al, 2012)

La modificación de las superficies mediante esta técnica resulta de alta importancia ya que pueden estar en contacto con ambientes biológicos, además, ofrece tiempos menores de tratamiento en comparación con los métodos tradicionales. (González, 2019)

Estudios realizados han determinado la efectividad de la polimerización por plasma para su uso como dosificadores y transportadores de fármacos, como el caso de Y. Yuan, K. Tanaka y C. Amorosi y colaboradores. (González, 2016).

Definición de partículas

Pioneros en el descubrimiento y experimentación con partículas como Dalton, Thompson, Rutherford, Bohr y Lavoisier revolucionaron el conocimiento científico en su época y dieron las bases para el desarrollo de la física moderna, cada uno define a las partículas desde su perspectiva, teniendo como base la siguiente definición; pequeña parte de la materia encargada de mantener las propiedades químicas o físicas de un cuerpo.

Tipos de partículas

Dentro de las partículas elementales se encuentran dos grupos principalmente, el fermión y bosones.

Fermión; Una de sus principales características es que puede experimentar cualquiera de las cuatro interacciones fundamentales, tiene un espín semi entero y se divide en quarks y leptones, este último tiene dentro de su grupo al electrón, neutrino y al positrón. Se consideran del grupo de los leptones por ser estables y presentar cargas eléctricas.

Bosón; el bosón incluye fotones, gluones y bosones, se caracterizan principalmente por tener un espín entero o nulo, también son distinguidos por ser portadores de las interacciones fundamentales que realizan en el modelo estándar. (Cobián, 2018)

Partículas obtenidas por plasma

En el estudio de partículas obtenidas por plasma de resplandor se han obtenido resultados como los siguientes;

Polifurano: El furano es un aromático, al ser sintetizado por plasma de resplandor con diferentes potencias se obtuvieron partículas de perfil esférico, con diámetro de 70 a 3000 nm. (Olayo, et, al, 2015)

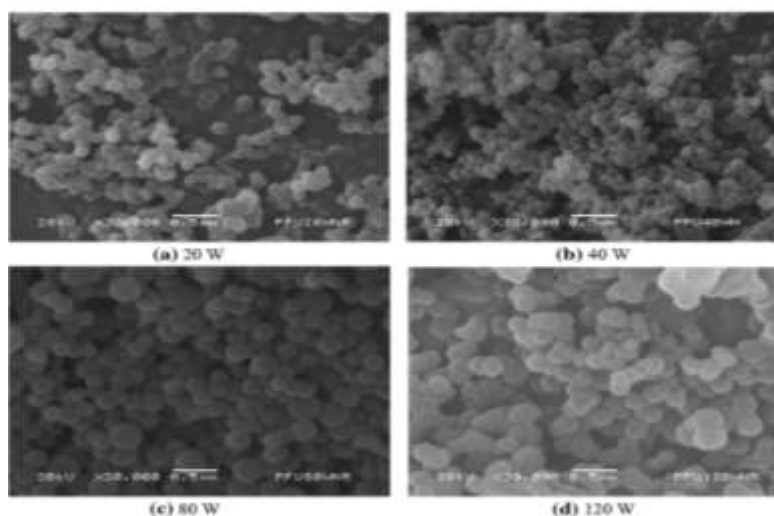


Figura 9 Partículas observadas con SEM de Polifurano obtenidas a potencias de 20, 40, 80 y 120 watts, fuente, Olayo, et, al, 2015.

Polipirrol: La obtención de las partículas por plasma de resplandor se realizó con potencia de 40 a 100 watts, el intervalo del diámetro de las partículas obtenidas oscilo entre los 50 y 300 nm, en la figura 10 se muestra el material obtenido posterior a la polimerización por plasma (a), la aglomeración de las partículas de polipirrol, donde se observa la formación de las partículas esféricas (b), la imagen obtenida por SEM (c) y la imagen obtenida por TEM, que determina si las esferas obtenidas son de material sólido y homogéneo. (Cruz, et, al, 2010)

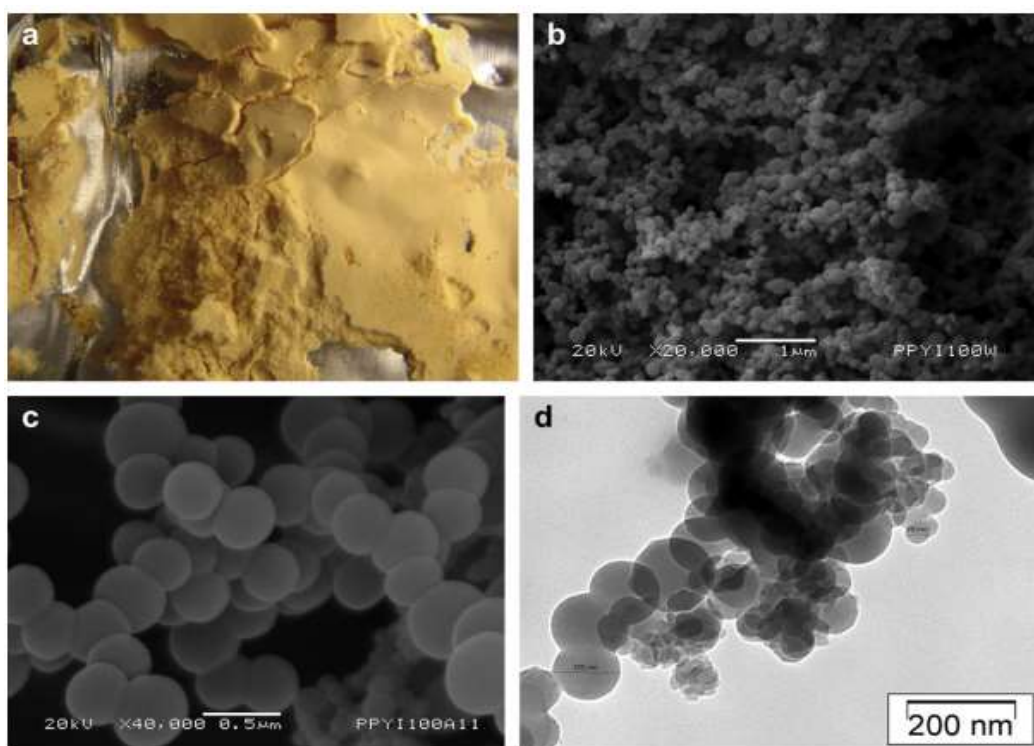


Figura 10 material después de la polimerización (a), aglomeración de partículas (b), micrografía por SEM (c), micrografía por TEM (d), fuente, Cruz, et, al, 2010.

Gómez y colaboradores en la obtención de partículas por plasma mencionan la importancia de la superficie de las partículas, pues al estar en contacto con el exterior para sus aplicaciones ya sean biomédicas o de otro tipo deben cumplir con ciertos aspectos de morfología. El pirrol fue sintetizado por plasma a 40 watts de potencia

y se obtuvieron partículas de diámetro 131-150 nm, no siempre se obtienen partículas esféricas, esto depende de los químicos agregados en el proceso y de otros factores internos y externos al momento de realizar la síntesis. (Gómez, et, al, 2014)

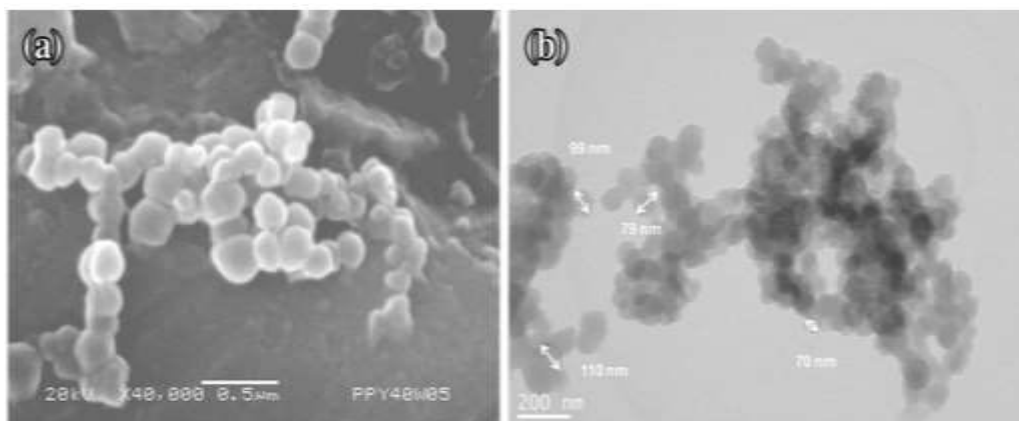


Figura 11 Morfología del pirrol, (a) micrografía obtenida por SEM, (b) micrografía obtenida por TEM, en (a) se observa la aglomeración de las partículas del pirrol y en (b) se puede apreciar los diámetros aproximados de las mismas, fuente, Gómez, et, al, 2014.

Técnicas de caracterización

Microscopia Electrónica de Barrido

A diario, el ojo humano es capaz de percibir su entorno y visualizar cada elemento dentro de su alcance, a eso se le conoce como poder de resolución, sin embargo, para el mundo de la ciencia no solo bastaba con la resolución del ojo humano, por ello se crearon los microscopios, capaces de magnificar las señales hasta en 2000 veces.

No conformes con los resultados y por necesidades de la materia en estudio surgió el microscopio electrónico de barrido, el cual, tiene la tarea de visualizar procesar y detectar las señales que resultan de la interacción del haz de electrones en contacto con la materia, tiene un alcance de hasta 4 nm y un aumento de hasta 300.000x, el resultado de la obtención de las imágenes muestra la topografía, composición y la estructura. (González, 2006)

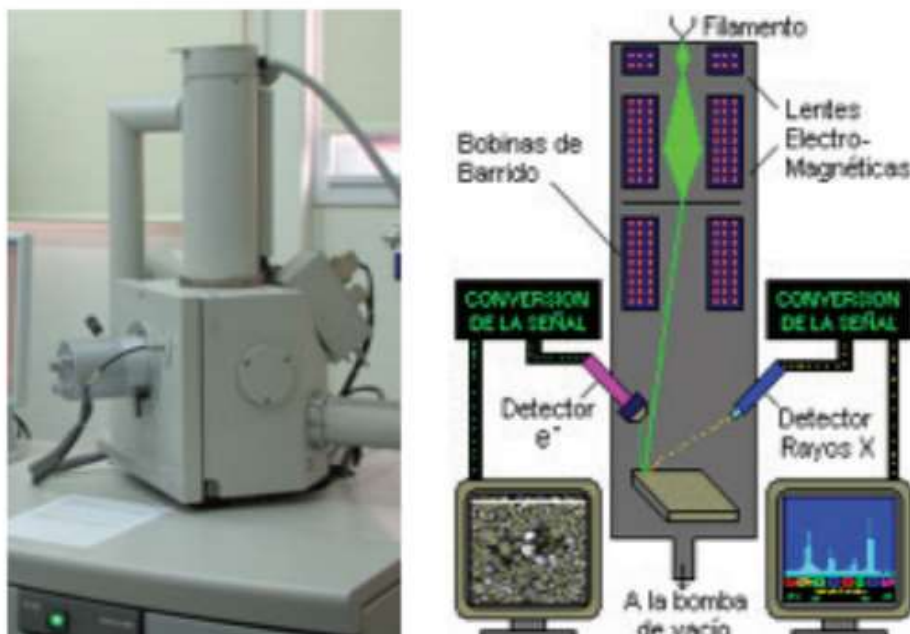


Figura 12 Microscopia electrónico de barrido y su esquema de funcionamiento, fuente, González 2006.

Espectroscopia Infrarroja

La espectroscopía infrarroja (IR) se usa para identificar a los grupos funcionales que componen a los materiales sólidos, líquidos y gaseosos. Un espectro infrarrojo es una gráfica de la intensidad del haz recibido contra la interacción de la materia con la radiación infrarroja. (Cortez, 2017)

Espectroscopía Foelectrónica de Rayos X

La espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS) se utiliza para estudiar la superficie de un material obteniendo los principales estados energéticos de los elementos existentes. La técnica XPS consiste en excitar, mediante un haz de rayos X, a los niveles electrónicos internos de los átomos para provocar la emisión de electrones que proporcionan información sobre la energía de ese nivel del átomo emisor. (Macias, 2018)

Microscopía electrónica de transmisión

La microscopía electrónica de transmisión (MET) permite obtener imágenes del interior de una muestra detectando los electrones transmitidos a través de ella. Para lograr esto, la muestra debe ser muy delgada, con grosor menor a 100 nm. La intensidad de la señal transmitida se detecta y amplifica para formar la imagen. Con esta técnica se puede obtener información estructural y química del material. (Calderón, 2020)

CAPITULO III

Metodología

En el marco de las actividades a desarrollar de manera cronológica se tiene la siguiente dinámica:

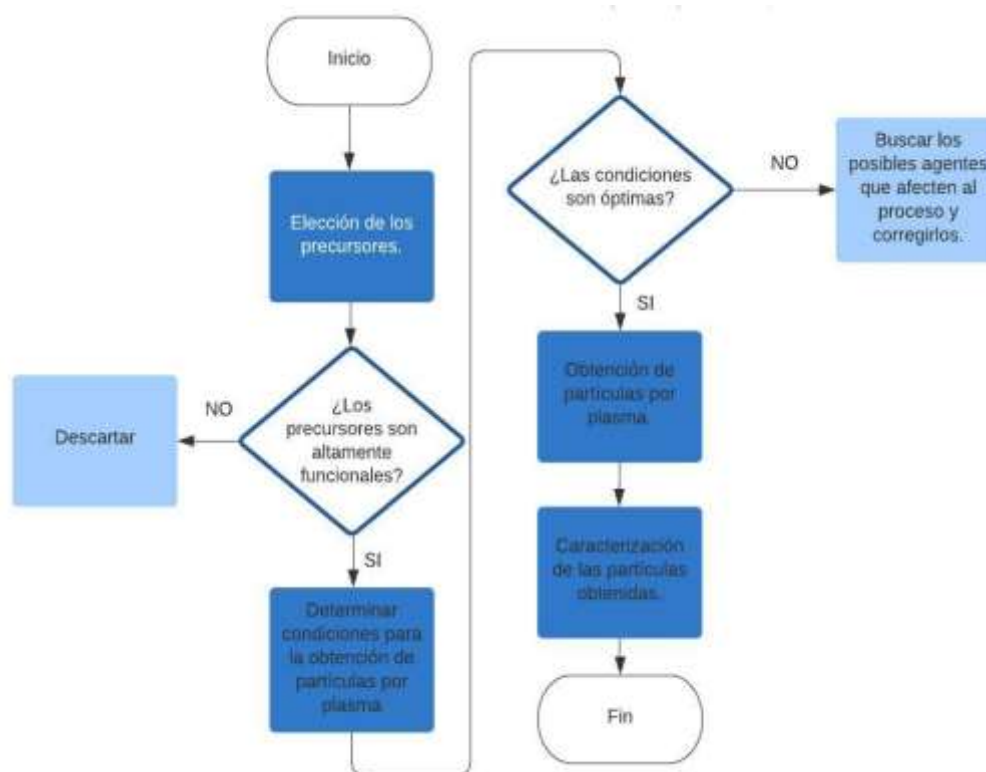


Figura 13 Cronología de las actividades a realizar para la obtención de partículas por plasma, fuente, elaboración propia.

Elección de los precursores: determinar que monómeros son funcionales en la síntesis por plasma, para así poder obtener los resultados esperados al llegar a la caracterización de las partículas obtenidas.

Determinar las condiciones para la obtención de partículas por plasma: Se deben considerar aspectos internos y externos al reactor donde se realiza la polimerización por plasma, factores como; presión, potencia y tiempo son determinantes al interior del

reactor, mientras que en el factor externo las condiciones ambientales como la humedad pueden afectar o beneficiar el proceso de obtención de partículas por plasma.

Obtención de partículas por plasma: Realizar la polimerización por plasma con los monómeros propuestos para cumplir con el siguiente proceso y determinar las características morfológicas.

Caracterización de las partículas obtenidas: Analizar la morfología mediante la microscopía electrónica, SEM y TEM. Verificar la estructura de las partículas obtenidas (esféricas, cristal, película), y finalmente analizar de manera superficial las partículas, haciendo hincapié en que la superficie puede ser un factor determinante para sus posibles aplicaciones biomédicas.

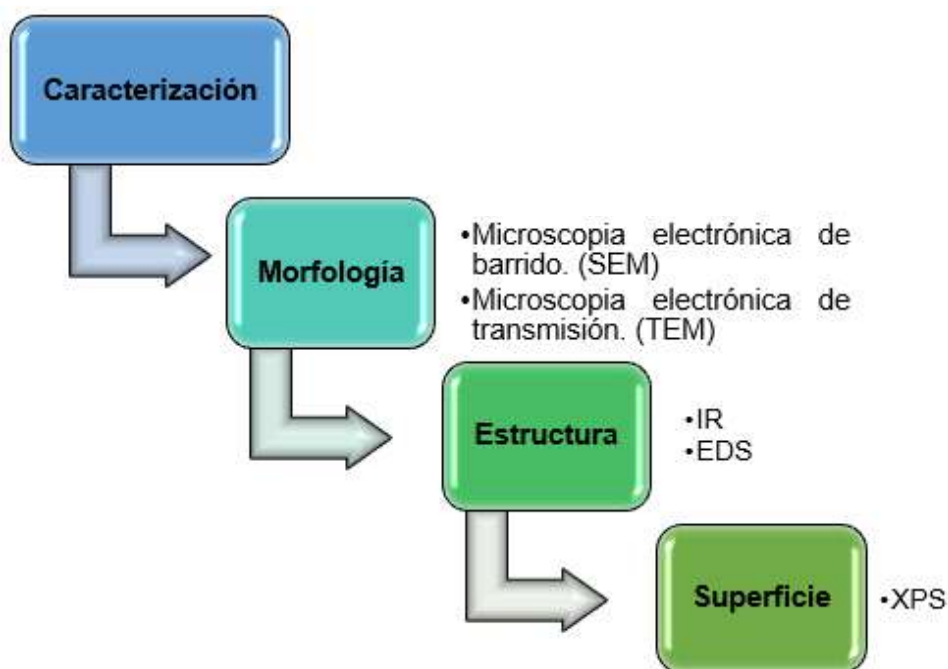


Figura 14 Diagrama para el seguimiento de la caracterización de las partículas obtenidas por plasma, fuente, elaboración propia.

Morfología: Determinar los tamaños y formas producidas por medio de SEM y TEM, así como visualizar si las partículas obtenidas por plasma son sólidas en su interior.

Estructura: Analizar y observar los grupos funcionales que conforman las partículas sintetizadas por plasma.

Superficie: Tener en cuenta el estado energético de los elementos encontrados en la superficie de las partículas.

Síntesis por plasma de partículas poliméricas

La obtención de partículas de polímeros por plasma de resplandor se realizará dentro de un reactor tubular de vidrio con 9 cm de diámetro y 29 cm de longitud con volumen aproximado de 1500 cm³. El tubo de vidrio se sella por medio de dos bridas de acero inoxidable, cada una de estas bridas cuenta con tres puertos de entrada al reactor. En la entrada central se acopla un electrodo de acero inoxidable por medio de una varilla metálica, el electrodo tiene un diámetro aproximado de 6 cm, mientras que la varilla mide 15 cm.

Las entradas del reactor que no se usan son selladas para evitar la entrada de aire. Por un lado, del reactor se conecta una bomba de vacío y un medidor de presión Pirani 945 MKS Instruments HPS™. El sistema de vacío consiste en una bomba de vacío Alcatel Pascal 2015 C1 y un condensador Alcatel LNT 25 S que es enfriado mediante Nitrógeno líquido.

En el otro lado del reactor se conectan las válvulas que contienen a alguno de los siguientes monómeros para realizar la síntesis: Etilenglicol (Tecsiquim, 99.5%), Alilamina

(Aldrich 95%), Pirrol (Aldrich 98%) y Yodo (Aldrich, 99.8%) como dopante por puertos separados para que los componentes se mezclen en el interior del reactor.

La presión se reduce hasta 10^{-2} mbar y se aplican descargas de resplandor con acoplamiento resistivo con una fuente de radio frecuencia VM1000A Dressler Cesar a 13.56 MHz. La señal de la fuente es conectada a cada uno de los electrodos del reactor como se muestra en la figura 15.

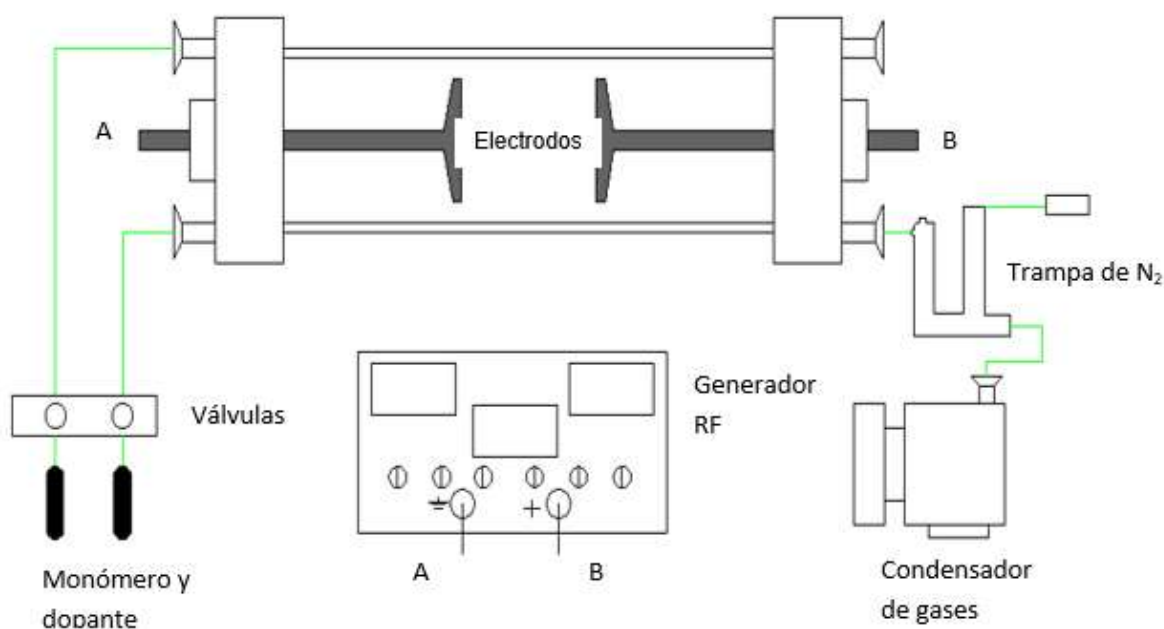


Figura 15 Representación gráfica del reactor y sus componentes periféricos para su funcionamiento. Fuente, elaboración propia.

Teniendo una cronología de actividades representadas en un diagrama de flujo y un cursograma analítico para el armado del reactor, así como su conexión como se puede ver en las figuras 16, 17 y 18.

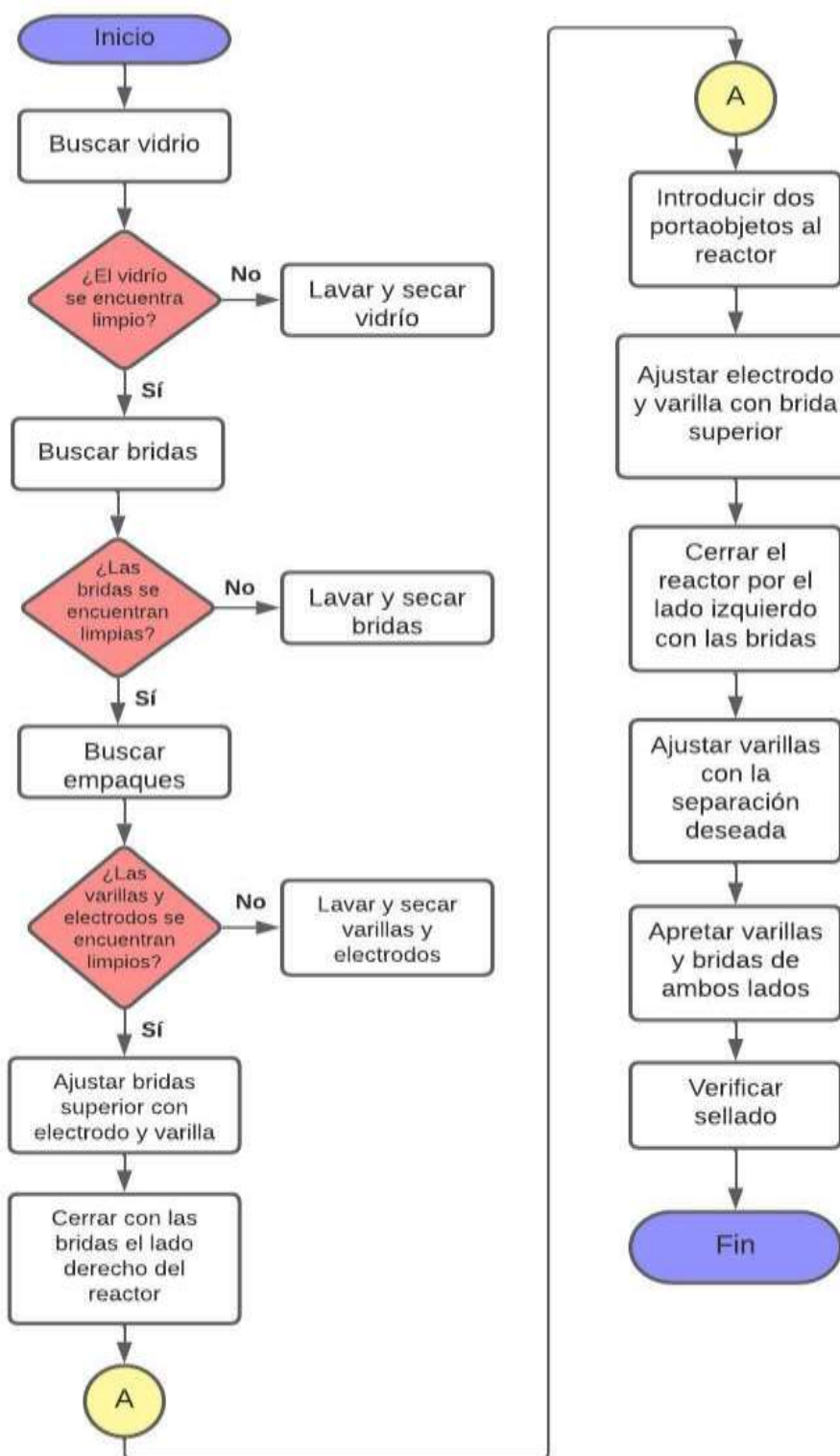


Figura 16 Diagrama de flujo para el armado del reactor de síntesis por plasma, fuente, elaboración propia.

En el cursograma analítico se muestra las operaciones, demoras, traslados e inspecciones realizadas a los elementos para poder armar el reactor, identificando el total de actividades realizadas y aquellas que agregan o no valor.



ARMADO DE REACTOR								
DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO								
CURSOGRAMA ANALITICO								
Empresa;	INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES							
AV/NAV	Actividades	○	D	→	□	△	Tiempo (s)	Comentarios
NAV	1. Llevar vidrio a la mesa de armado			●			4.20	
NAV	2. Buscar caja con materiales		●				7.50	
NAV	3. Buscar llave		●				10.10	
AV	4. Sacar y colocar brida superior con empaque	●					33.70	
AV	5. Voltear vidrio y ajustar brida	●					8.10	
AV	6. Sacar y colocar brida con empaque del otro lado	●					22.90	
NAV	7. Ir por una espátula pequeña			●			13.00	
AV	8. Ajustar los empaques con ayuda de una espátula	●					19.10	
AV	9. Colocar en la mesa la brida donde se coloca la varilla	●					7.90	
AV	10. Tomar varilla y colocar electrodo	●					7.20	
AV	11. Introducir varilla en parte central de la brida	●					7.00	
AV	12. Ajustar varilla utilizando llave	●					8.30	
AV	13. Colocar empaque entre las dos bridas y cerrar	●					54.60	
AV	14. Colocar tornillo para apretar	●					5.90	
AV	15. Poner tubo al tornillo y con la llave apretar la brida	●					34.10	
AV	16. Quitar tubo y tornillo	●					8.90	
AV	17. Tomar la siguiente brida e introducir la varilla	●					34.10	
AV	18. Colocar el electrodo	●					9.50	La brida se deja en la mesa después de realizar esta operación
NAV	19. Buscar pinzas y dos porta objetos			●			33.20	
AV	20. Colocar los porta objetos juntos dentro del vidrio	●					1.90	
AV	21. Cerrar el vidrio con la brida y el empaque	●					109.60	A causa de no tener un orden en el material se utilizó una brida no adecuada por lo que se tuvo que cambiar al momento
AV	22. Colocar tornillo y tubo para ajustar con llave	●					26.10	
NAV	23. Revisar que el reactor este ajustado y seguro			●			5.20	
AV	24. Trasladar reactor a conexión			●			4.70	
PASOS		0	67	15	0	0	487.80	Factor de Productividad
								84.89%
AV	7 pasos agregan valor						414.10	Factor de Improductividad
NAV	75 pasos no agregan valor						63.80	13.08%
Simbología		Resumen		RESULTADO				
Operación	○	17		PRODUCTIVIDAD ALTA				
Demora o Retraso	D	4						
Transporte	→	2						
Inspección	□	1						
Almacenaje	△	0						
AV	Agrega valor							
NAV	No agrega valor							

Figura 17 Cursograma analítico para el armado del reactor, fuente, ININ.

La conexión del reactor muestra a su vez las actividades realizadas para su ejecución de manera correcta, el cual se muestra en la figura 18. (ver figura 18)

CONEXIÓN DEL REACTOR								
DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO								
CURSOGRAMA ANALITICO								
Empresa;	INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES							
AV/NAV	Actividades	○	D	⇒	□	△	Tiempo (s)	Comentarios
NAV	1. Buscar abrazadera de medida 25		●				15.10	
NAV	2. Buscar abrazaderas de 16, un sello y un adaptador T		●				18.30	
AV	3. Conectar una entrada de manguera metálica a bomba de vacío	●					35.60	
AV	4. Conectar la otra entrada de la manguera a un adaptador con un sello y una abrazadera	●					38.50	
NAV	5. Buscar un sello con medida 16		●				18.90	
AV	6. Conectar la T al adaptador de l manguera con el sello y una abrazadera	●					35.20	
NAV	7. Ir por más abrazaderas y sellos			●			48.00	
NAV	8. Ir a buscar sellos y abrazaderas para el medidor de presión			●			32.80	Se hace un movimiento innecesario tomando primero la manguera
AV	9. Conectar medidor de presión en parte superior de la T con una abrazadera	●					53.30	
NAV	10. Soltar mangueras por un momento		●				2.10	
AV	11. Tapar la entrada de la brida que no se utiliza con un tapón, un sello y una abrazadera	●					35.95	
NAV	12. Estirarse por un sello y abrazadera de 16			●			6.70	
AV	13. Tomar y conectar del lado izquierdo la manguera del pirrol con un sello y una abrazadera	●					34.60	
AV	14. Tomar nuevamente manguera metálica y estirarse por una abrazadera de 16	●					7.20	
AV	15. Conectar la entrada de la T con el lado derecho del reactor utilizando sello y abrazadera	●					44.70	
AV	16. Revisar que todo este bien conectado y listo para dejar encender la bomba de vacío la fuente de alimentación eléctrica					●	4.50	
PASOS		6	40	15	0	0	475.25	Factor de Productividad
								70.14%
AV	6 pasos agregan valor						333.35	Factor de Improductividad
NAV	40 pasos no agregan valor						141.90	29.88%

Simbología		Resumen
Operación	○	8
Demora o Retraso	D	5
Transporte	⇒	2
Inspección	□	1
Almacenaje	△	0

RESULTADO
PRODUCTIVIDAD ALTA

AV	Agrega valor
NAV	No agrega valor

Figura 18 Cursograma analítico para la conexión del reactor, fuente, ININ.

Una vez que la presión y las descargas se estabilizan se procede a abrir las válvulas que contienen al monómero y del dopante para introducirlos al reactor. En el reactor, la energía de las partículas aceleradas por los campos eléctricos hace que reaccionen monómero y dopante ya sea ionizándolos, excitándolos o como radicales libres formando un polímero con estructura derivada de la del monómero. Ver figura 19.

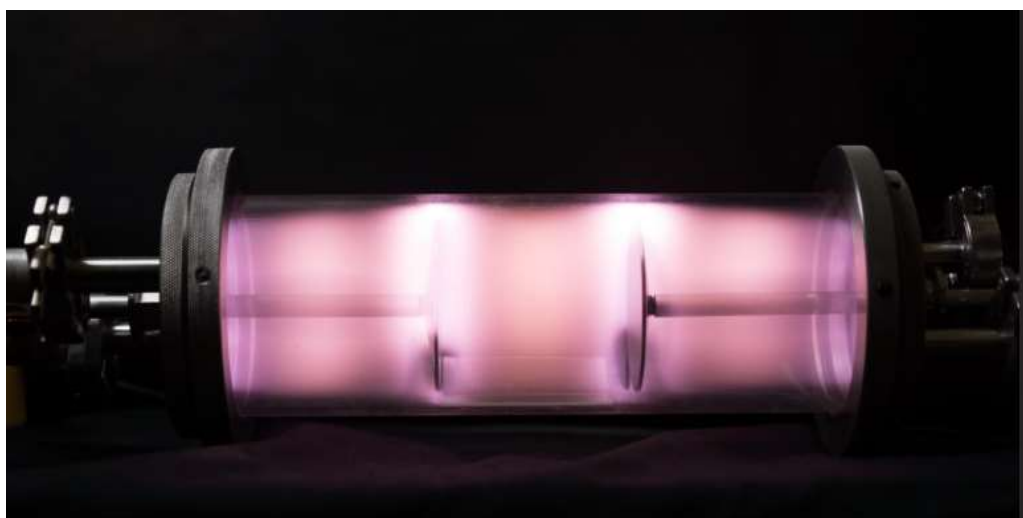


Figura 19 Interacción del monómero con el reactor (campo eléctrico), fuente, elaboración propia.

Se usaron potencias de 40 a 100 W con incrementos de 20 W durante 180 min. El polímero obtenido se presenta como película adherida a las paredes del reactor, bridas y electrodos, mientras que las partículas se presentan como polvo con tonalidades beige. Una vez terminada la polimerización se interrumpe el flujo de monómero y se apaga la descarga de resplandor. Para retirar el material del reactor se retiran las partículas por medio de espátula, posteriormente se hincha la película con agua destilada en varios ciclos de humectación-secado y se retira con una espátula.

La descripción anterior se resume en el siguiente diagrama de flujo para la obtención del polímero:

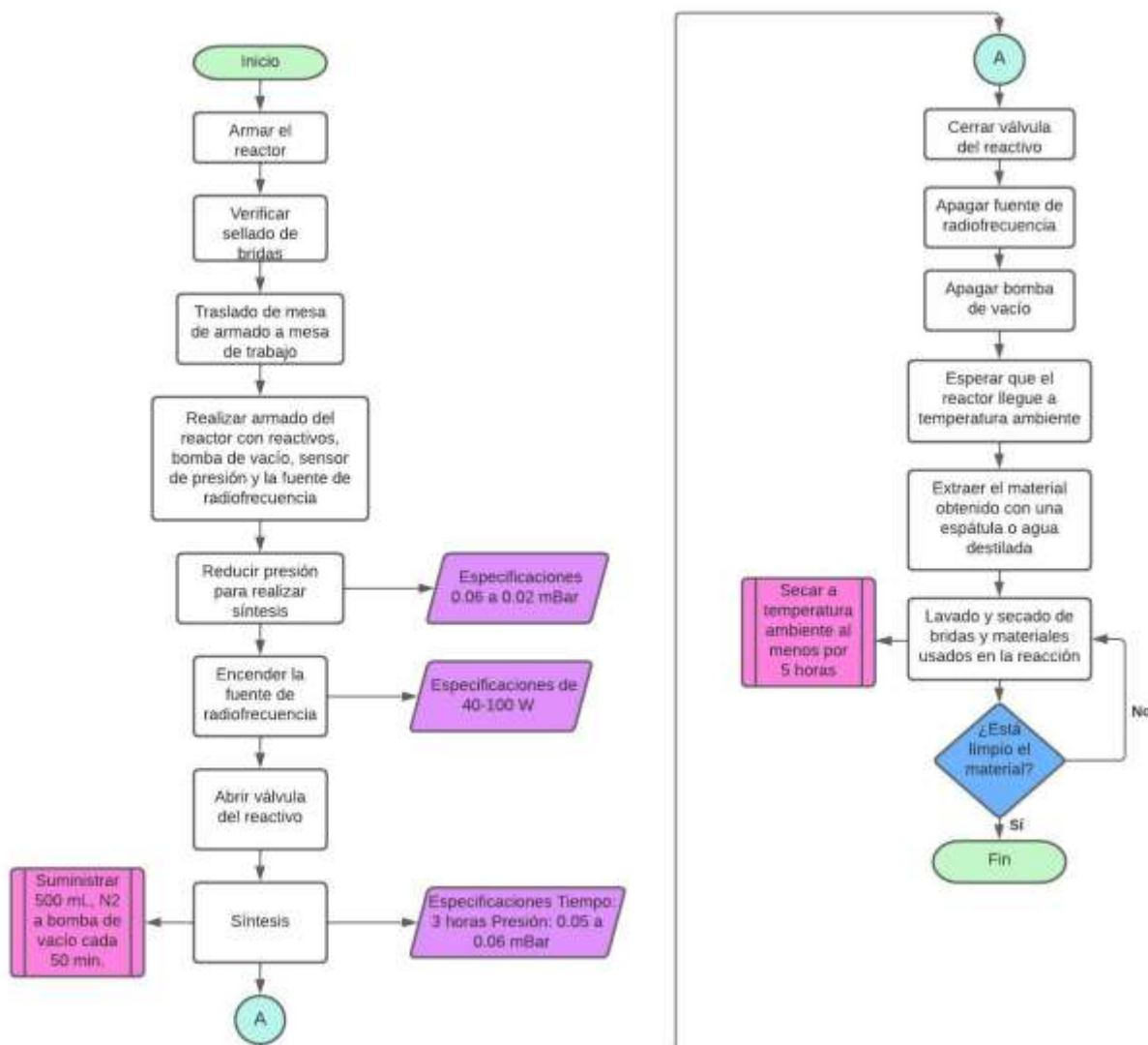


Figura 20 Diagrama de flujo para la obtención de los polímeros por plasma, fuente, elaboración propia.

Caracterización de los materiales

El análisis de la caracterización de los materiales se realizó en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ).

Se estudió la morfología de los materiales por medio de: Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), Microscopía Electrónica de Transmisión, Microscopía Óptica (MO), la

estructura química por Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) y Espectroscopia Fotoelectrónica de Rayos X (XPS)

Análisis Morfológico

a) Microscopía óptica

Microscopía óptica se empleó para analizar la superficie de las partículas y observar que características presentaban. Se utilizó un microscopio óptico Dino-Lite Pro modelo AM7013MZT4 para capturar las imágenes digitales de aumento fijo de 480X. (Davidson, 2002)

b) Microscopía Electrónica de Barrido

Con la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) se estudia la morfología de las partículas, así como la forma y diámetro. Se realizó en un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-5900LV. El material fue recubierto con Au en un evaporador Denton Vacuum Desk II a 0.066 mbars, durante 120 s y 50 mA para incrementar la transferencia de cargas eléctricas en la superficie y así obtener las características morfológicas con mayor claridad y magnificación. Se utilizaron electrones secundarios y electrones retrodispersados para la obtención de las micrografías con ampliaciones entre 500x y 10000x.

c) Microscopía Electrónica de Transmisión

Se empleó un microscopio JEOL JEM 2100 F para estudiar la morfología y el tamaño de las partículas más pequeñas. Las muestras fueron sometidas a baño sónico con propanol para su dispersión y se colocó una gota de las partículas dispersadas sobre rejillas de cobre con soporte de Formvar. (Penagos, 2013)

d) Tamaño de partícula

De las micrografías obtenidas se tomaron medidas del diámetro de partícula, apoyados con el programa de distribución libre ImageJ. Estos datos fueron procesados para obtener la distribución normal de tamaño de partícula.

La ecuación muestra la función de distribución normal usada para estudiar el tamaño de poro.

$$f(\phi) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\phi-\mu}{\sigma}\right)^2}$$

En donde:

$f(\phi)$: función de distribución normal

ϕ : diámetro de partícula

μ : media armónica

σ : desviación estándar

Análisis Estructural

a) Espectroscopia de Energía Dispersiva

Se realizó con una sonda modelo ISIS con voltaje de aceleración de 20 kV acoplada en un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-5900LV, que permite, la identificación cualitativa, el análisis semi-cuantitativo puntual de los elementos químicos de la muestra con número atómico mayor a 6. (Penagos, 2013)

b) Espectroscopia Infrarroja

El análisis estructural del polímero fue realizado mediante espectroscopia infrarroja con el objetivo de identificar los grupos químicos funcionales del material. Se utilizó un espectrofotómetro infrarrojo Thermo Scientific Nicolet iS5 con celda de diamante

aplicando 100 barridos en el intervalo de absorción de 4000 a 550 cm^{-1} utilizando el método de Reflectancia Total Atenuada (ATR). (Chabal, 1988)

c) Espectroscopia Fotoelectrónica de Rayos X

El análisis químico superficial del polímero se realizó con un espectroscopio XPS Thermo K-Alpha equipado con una fuente monocromada de rayos X de Al. El diámetro del área de análisis fue de 400 μm . Se usó una fuente de iones Ar para neutralizar cargas estáticas en las muestras. (Feliu Jr, 2010)

CAPITULO IV

Resultados y discusión

En el marco del desarrollo de resultados se tuvo la siguiente secuencia:

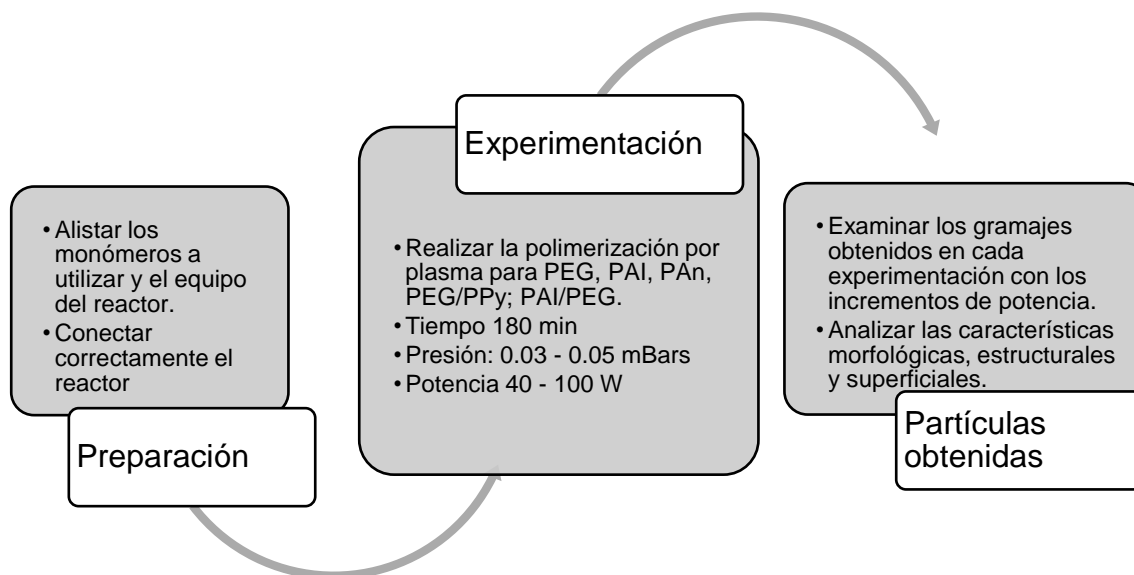


Figura 21 Cronología para la descripción de los resultados obtenidos, fuente, elaboración propia.

Preparación

Antes de cada proceso de polimerización con los monómeros correspondientes se debe de tener en cuenta los siguientes aspectos:

- Disponibilidad de uso del monómero.
- Colocación adecuada de la bomba y trampa condensadora de gases. (regulación de la presión interna)
- Conexión de los electrodos para la generación del campo eléctrico.

Una vez evaluados los aspectos anteriores se puede iniciar con el proceso de polimerización.



Figura 22 Reactor de polimerización por plasma conectado para iniciar el proceso de polimerización. fuente, elaboración propia.

Experimentación

Los experimentos realizados para la obtención de partículas/película por plasma fueron los siguientes:

Monómero	Potencia (Incrementos de 20 watts)	Tiempo de trabajo
PEG - PEG/PPy	40-100 W	180 min
PAI	40-100 W	180 min
PAn	40-100 W	180 min
PAI/PEG	40-100 W	180 min

Tabla 1 Potencia y tiempo de trabajo para la obtención de partículas por plasma, donde se realizaron incrementos de 20 W, el tiempo se mantuvo constante, fuente, elaboración propia.

a) PEG/PPy:

Al igual que el proceso de síntesis por plasma de resplandor con PPy, se realizó la combinación de PEG con PPy, con la finalidad de combinar características de ambos

polímeros como tamaño, forma y estructura, el material obtenido fue película. (ver figura 23)



Figura 23 Película obtenida de la combinación de PEG/PPy después del proceso de síntesis por plasma, fuente, elaboración propia.

A diferencia de la figura anterior, la película obtenida no siempre se obtiene en fracciones grandes, sino que, también se obtiene de en forma de polvo brillante, esto muestra además la fragilidad del polímero obtenido durante la síntesis por plasma. (ver figura 24)



Figura 24 Material obtenido en forma de película (pulverizado debido a la fragilidad) de la combinación de PEG/PPy, fuente elaboración propia.

b) PAI:

Luego de tres horas en el proceso de síntesis por plasma, para PAI la cantidad de película obtenida es menor a comparación de lo obtenido con PPy y la combinación de PEG/PPy, la película obtenida muestra diferentes colores (amarillo, tonalidad naranja y

poco de color marrón), al igual que los otros monómeros, se caracteriza por la fragilidad del material obtenido. (ver figura 25)



Figura 25 Película obtenida de la síntesis por plasma de PAI, fuente, elaboración propia.

c) PAn:

PAn es uno de los monómeros que mayor cantidad de película proporciona al final de la síntesis por plasma, obteniendo como cantidad mayor 2.1 gr del material con apariencia similar al pulverizado del barro. (ver figura 26)



Figura 26 Película obtenida del proceso de síntesis por plasma de PAn, fuente, elaboración propia.

d) PEG:

A pesar de que en su combinación con PPy la cantidad de película obtenida es considerable, al realizar la síntesis por plasma para PEG la cantidad de película obtenida es mínima en gr, mientras que en partículas no se obtiene ninguna cantidad de mgr, la

apariencia que presenta es de color café claro similar a los restos de papel picado. (ver figura 27)



Figura 27 Película obtenida al final de la síntesis por plasma de PEG, fuente, elaboración propia.

Partículas obtenidas:

a) Gramajes

Para PEG/PPy la cantidad obtenida en mgr es mayor a comparación de las obtenidas para PAI, PAn, PEG y PAI/PEG. (ver tabla 2)

SÍNTESIS MONÓMEROS	SÍNTESIS		PELÍCULA	PARTÍCULAS
	Tiempo min	Potencias W	gr	Mgr
PEG/PPY	180	40	2	12
	180	40	1.9	19
	180	40	2	0
	180	60	2.2	15
	180	60	1.3	0
	180	80	2.8	14
	180	80	2.5	15
	180	100	1.8	22
	180	100	3.4	17
	180	100	3.5	14

Tabla 2 Cantidad en gr y mgr de partículas y película obtenidos en la síntesis de PEG/PPy, fuente, elaboración propia.

Para PAI las variaciones supusieron un aumento considerable, aunque con una caída de una décima de gr en el tercer y sexto incremento de potencia, teniendo como máximo gramaje en película de 1.8 y 18 mgr en partículas. (ver tabla 3)

SÍNTESIS		PELÍCULA		PARTÍCULAS
MONÓMEROS	Tiempo	Potencias	gr	mgr
PAI	min	W		
	180	40	0.9	0
	180	40	1.1	10
	180	60	0.8	0
	180	60	1.2	12
	180	80	1.3	0
	180	80	1.1	15
	180	80	1.6	12
	180	100	1.7	0
	180	100	1.8	18

Tabla 3 Gramaje obtenido en gr y mgr en partículas y película de PAI, fuente, elaboración propia.

En la experimentación con PAn, la cantidad de película obtenida es considerable cuando la potencia esta al máximo (100 W). (ver tabla 4)

SÍNTESIS		PELÍCULA		PARTÍCULAS
MONÓMEROS	Tiempo	Potencias	gr	mgr
PAn	min	W		
	180	40	1	0
	180	40	0.85	0
	180	60	0.9	0
	180	60	1.1	0
	180	80	1.5	17
	180	80	1.8	12
	180	80	1.3	0
	180	80	1.8	8
	180	100	2	10
	180	100	2.1	10

Tabla 4 Partículas y película obtenidas al finalizar la síntesis por plasma de PAn, fuente, elaboración propia.

El polímero con menor cantidad de gr y mgr fue PEG, pues las cantidades obtenidas son mínimas en película y 0 en partículas. (ver tabla 5)

SÍNTESIS		PELÍCULA PARTÍCULAS		
MONÓMEROS	Tiempo	Potencias	gr	mgr
PEG	min	W		
	180	40	0.32	0
	180	40	0.3	0
	180	40	0.4	0
	180	60	0.6	0
	180	60	0.75	0
	180	60	0.37	0
	180	60	0.4	0
	180	60	0.6	0
	180	60	0.55	0
	180	100	0.84	0
	180	100	0.8	0

Tabla 5 Cantidad en gr y mgr obtenidos de PEG al final de la síntesis por plasma, fuente, elaboración propia.

Para la combinación de los monómeros PAI/PEG no se obtuvieron gr y mgr a potencias menores de 100 W, incluso en 100 W no se obtuvieron gr y mgr. (ver tabla 6)

SÍNTESIS		PELÍCULA PARTÍCULAS		
MONÓMEROS	Tiempo	Potencias	gr	mgr
PAI/PEG	min	W		
	180	100	0	0

Tabla 6 Cantidad en gr y mgr obtenidos de PAI/PEG al final de la síntesis por plasma, fuente, elaboración propia.

b) Morfología:

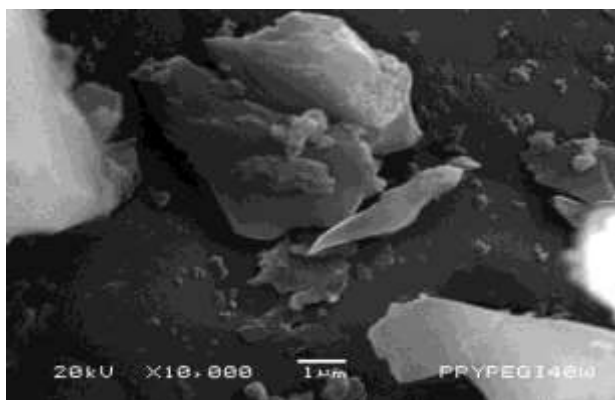


Figura 28 Película de PEG/PPy obtenida a 40 W a 10,000 aumentos, fuente, elaboración propia.

En la figura 28, la muestra tomada para su evaluación morfológica por SEM muestra superficies irregulares.

En el caso de partículas se observa la formación partículas circulares aglomeradas entre sí, y se observa la acumulación de estas para formar partículas más grandes. (ver figura 29)

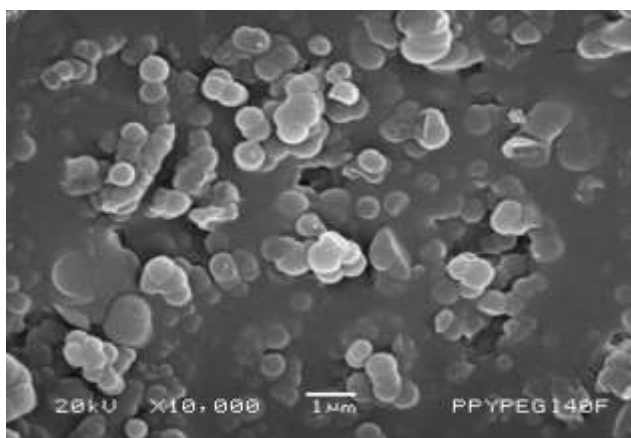


Figura 29 Morfología de partículas de PEG/PPy sintetizadas a 40 W, fuente, elaboración propia.

Al pasar a 60 W se obtuvo como resultado una acumulación de partículas mayor, la cantidad de partículas aglomeradas parece formar una pequeña capa de partículas con una superficie con textura irregular. (ver figura 30)

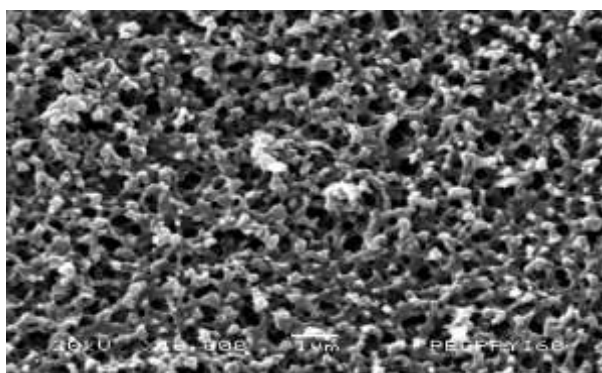


Figura 30 Morfología de las partículas de PEG/PPy 60 W, fuente, elaboración propia.

Con el mismo aumento, pero diferente zona de análisis se observa que el material está formado de capas superpuestas, teniendo en su parte superior (figura 26) la apariencia de un texturizado similar a la piel. (ver figura 31)

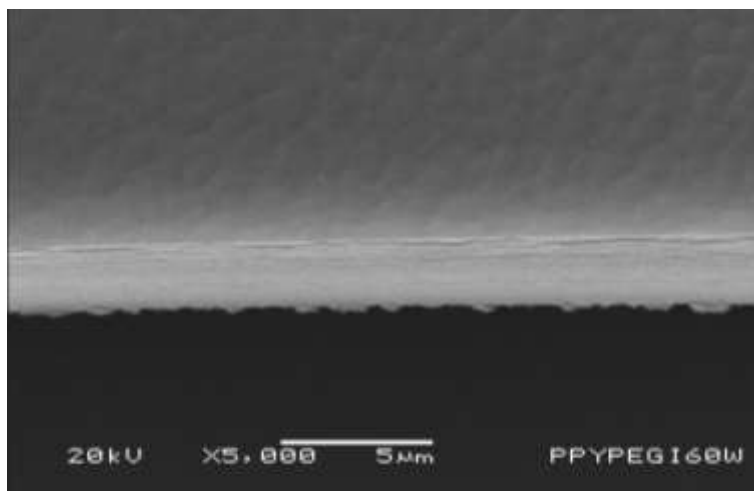


Figura 31 Morfología de partículas de película de PEG/PPy 60 W, fuente, elaboración propia.

Con el incremento de potencia a 80 W, las partículas de PEG/PPy no solo tienen formas circulares, sino que entre ellas comienzan a juntarse para la formación de pequeñas placas. (ver figura 32)

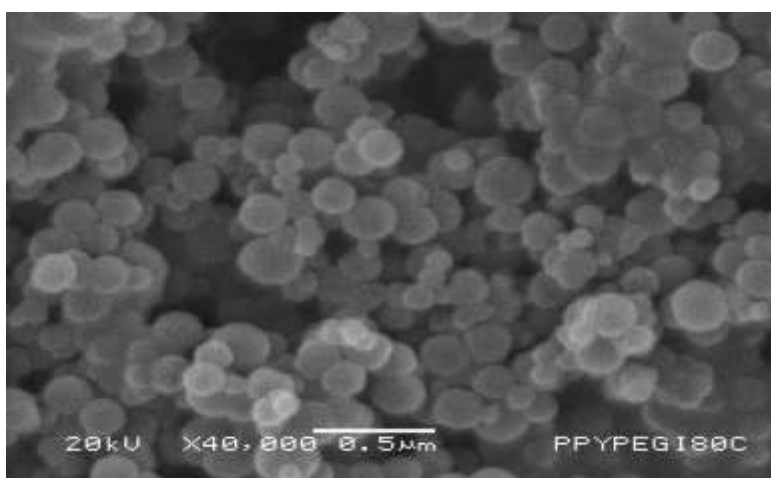


Figura 32 Morfología de partículas de PEG/PPy sintetizadas a 80 W, fuente, elaboración propia.

Otra zona de la muestra con el mismo aumento (40,000) se visualiza las partículas de PEG/PPy más dispersas, aunque también se puede observar como base parte de la película del copolímero. (ver figura 33)

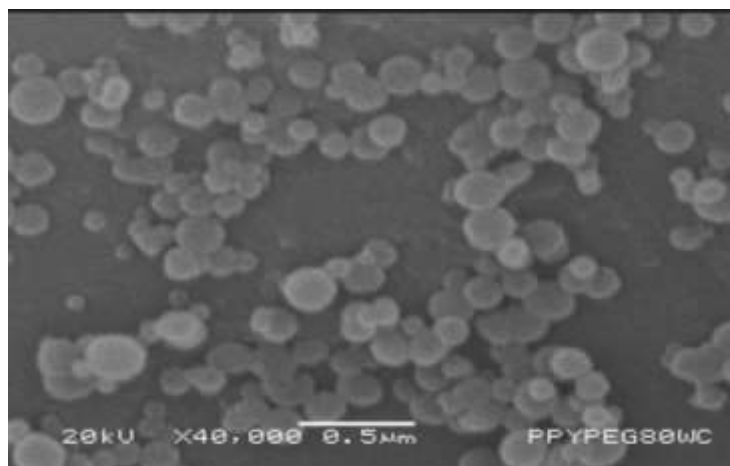


Figura 33 Morfología de partículas de PEG/PPy sintetizadas a 80 W, fuente, elaboración propia

Para las partículas de PEG/PPy sintetizadas a 100 W se observa una formación similar a la de una red, las partículas se aglomeran y además se unen a la formación de películas. (ver figura 34)

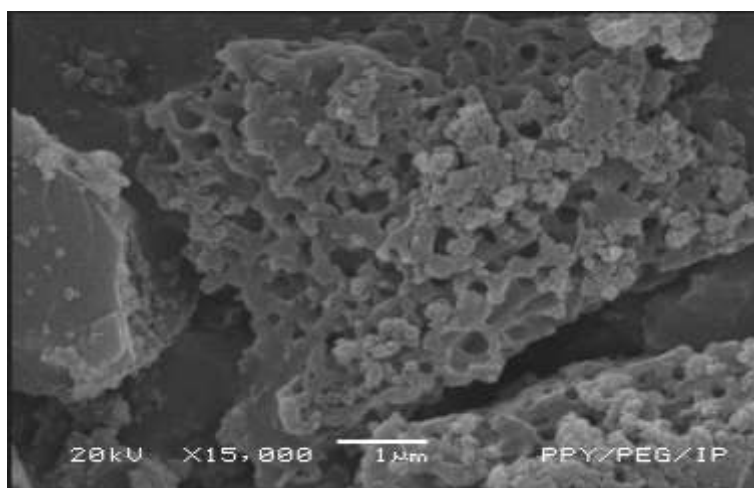


Figura 34 Morfología de partículas de PEG/PPy sintetizadas a 100 W, fuente, elaboración propia fuente, elaboración propia.

En la figura 35 tomada en otra zona de la muestra se observa la aglomeración de partículas que comienzan a formar una superficie irregular. (ver figura 35)

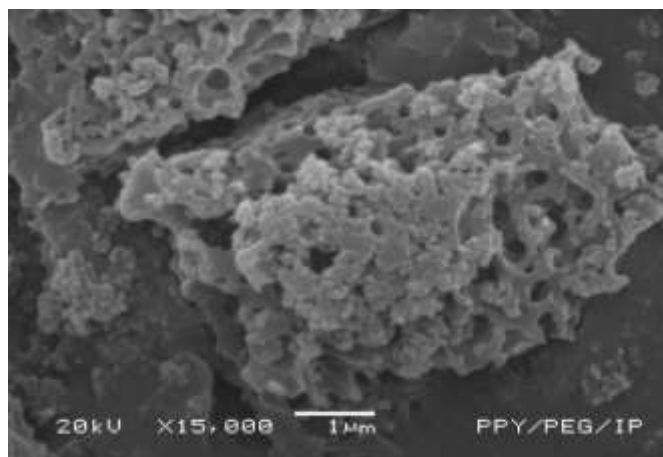


Figura 35 Aglomeración de partículas de PEG/PPy sintetizadas a 100 W, fuente, elaboración propia

PAn

Se muestran las partículas obtenidas de la síntesis de Polianilina a 80 W de potencia con tiempo de 180 min. Las partículas resultantes de la síntesis de 80 W son aglomeradas, forman estructuras parecidas a redes son lisas y tienen diferentes tamaños. (ver figura 36)

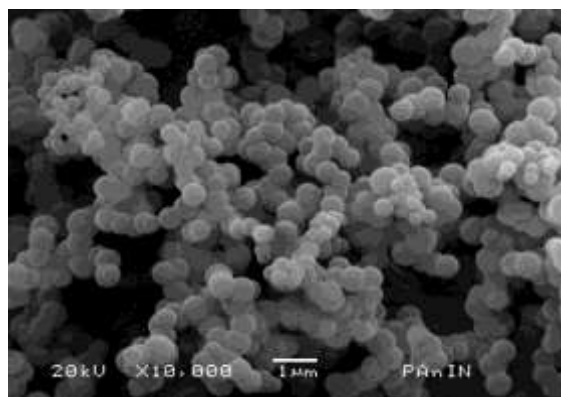


Figura 36 Aglomeración de partículas de PAn y formación de cadenas cortas relacionadas entre sí, fuente, elaboración propia.

Al analizar otra zona con el mismo aumento se observa nuevamente las partículas aglomeradas entre sí tratando, formando estructuras ramificadas de mayor longitud. (ver figura 37)

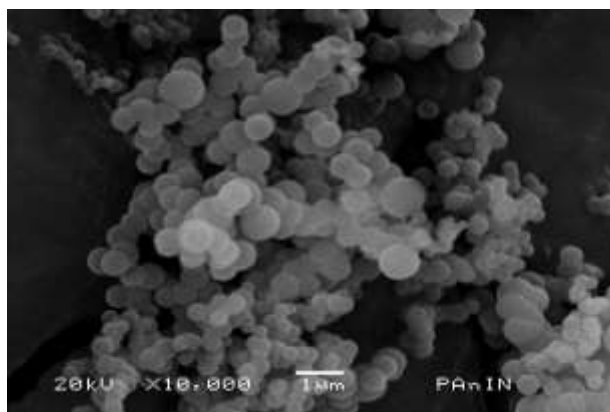


Figura 37 Morfología de partículas de PAN a 80 W, red de partículas ramificadas, fuente, elaboración propia.

PAI

Se muestra las partículas obtenidas de la síntesis de Polialilamina a 80 y 100 W de potencia con tiempos de 180 min.

Para 80 W se puede observar la claridad de la formación de esferas (partículas), estas están aglomeradas entre sí, son lisas y de diferentes tamaños. (ver figura 38)

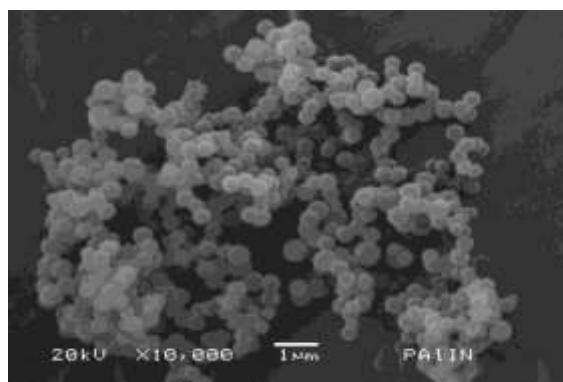


Figura 38 Morfología de partículas de PAI a 80 W, formación de una red de partículas, fuente, elaboración propia.

En otra zona de la muestra se observa a las partículas formando unidas entre sí, se observa que para ambas zonas tiene forma de esfera y tienen tamaños diferentes. (ver figura 39)

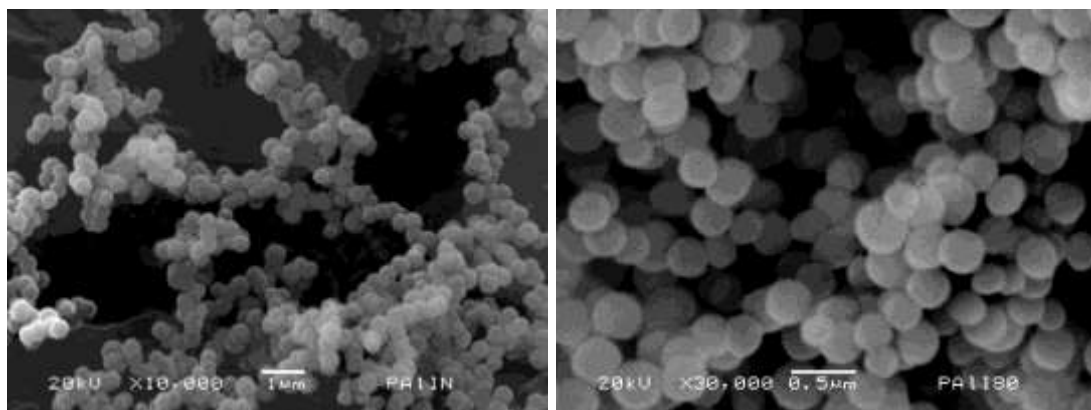


Figura 39 Morfología de PAI a 80 W, fuente, elaboración propia.

En el caso de las partículas de PAI obtenidas a 100 W, de igual manera que para el caso de las observadas en 80 W, estas presentan forma esférica y con diferentes tamaños, además de que están aglomeradas. (ver figura 40)

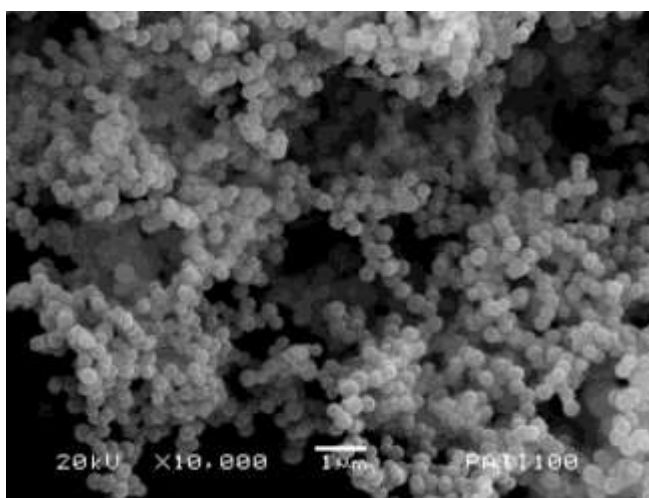


Figura 40 Morfología de partículas obtenidas a 100 W, fuente, elaboración propia.

A 30,000 aumentos y con una potencia de se presenta la formación de esferas, de tamaños diferentes distribuidas en toda la zona. (ver figura 41)

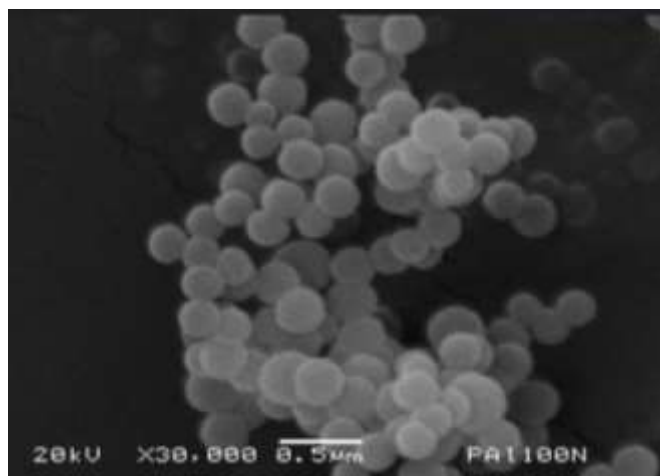


Figura 41 Morfología de partículas obtenidas a 100 W, se visualizan diferentes tamaños de ellas, fuente, elaboración propia.

Desde otra toma, la aglomeración de las partículas se puede apreciar de mejor manera, se comienza a observar que se unen entre sí. (ver figura 42)

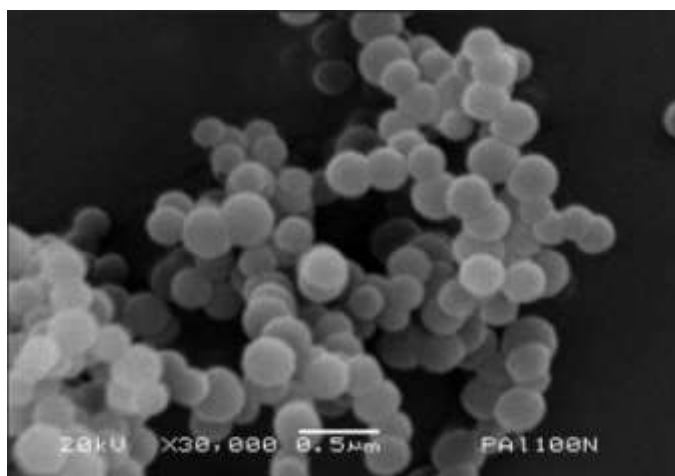


Figura 42 Aglomeración de partículas de PAI a 100 W, fuente, elaboración propia.

Estructura Atómica

A continuación, se muestra el porcentaje atómico obtenido de las mezclas de polímero de PEG/PPy sintetizado a diferentes potencias.

En la tabla 7 se muestra el porcentaje atómico del contenido elemental promedio obtenido mediante EDS, se analizaron las muestras de 40 W, 60 W, 80 W y 100 W, tomando 5 áreas diferentes de muestra del material PEG/PPy. (ver tabla 7)

Potencia	40 W	60 W	80 W	100 W
Elemento	Puntos de muestra	Puntos de muestra	Puntos de muestra	Puntos de muestra
	2	5	3	5
C	89.39	93.84	75.92	92.24
O	10.61	5.62	5.70	7.60
I	--	0.54	0.61	0.16
N	--	--		--

Tabla 7 Contenido elemental en % atómico promedio de PEG/PPy, fuente, elaboración propia.

En la tabla 8 se puede observar el porcentaje atómico del contenido elemental promedio obtenido por EDS, se analizó la muestra de 80 W tomando 5 áreas diferentes del material PAn. (ver tabla 8)

Potencia	80 W
Elemento	Puntos de muestra
	5
C	66.19
O	6.97
I	0.01
N	26.84

Tabla 8 Contenido elemental en % atómico promedio de PAn, fuente, elaboración propia.

El porcentaje atómico del contenido elemental promedio obtenido por EDS se muestra en la tabla 9, en ella, se encuentran los datos analizados de la muestra de 80 W y 100 W tomando 6 áreas diferentes del polímero PAI a ambas potencias. (ver tabla 9)

Potencia	80 W	100 W
Elemento	Puntos de muestra	Puntos de muestra
	6	6
C	59.99	72.13
O	8.37	4.7
I	0.01	0
N	31.63	23.12

Tabla 9 Contenido elemental en % atómico promedio de PAI, fuente, elaboración propia.

Distribución de tamaños de partícula

Partículas de PEG/PPy:

Se eligieron las micrografías con mayor resolución para medir las partículas más representativas con ayuda del programa de distribución libre ImageJ. Los datos fueron procesados para su análisis y obtener la gráfica de distribución de frecuencias, se analizó una muestra representativa de 41 partículas por material. El valor máximo en cada curva de distribución corresponde al diámetro promedio de las partículas.

Las partículas sintetizadas a 40 W tienen un diámetro promedio de 1.33 μm (ver figura 43), a 60 W no se obtuvieron micrografías con la resolución necesaria para poder medir los diámetros de las partículas.

Las partículas de 80 W tienen un diámetro promedio de 0.17 μm (ver figura 44), y, finalmente al procesar los datos de partículas a 100 W se obtuvo un diámetro promedio de 0.18 μm (ver figura 45). La tendencia de obtener partículas de menor diámetro se concentra en la distribución orientada hacia la zona izquierda de la campana de Gauss. El diámetro promedio de las partículas disminuye conforme incrementa la potencia en la síntesis por plasma.

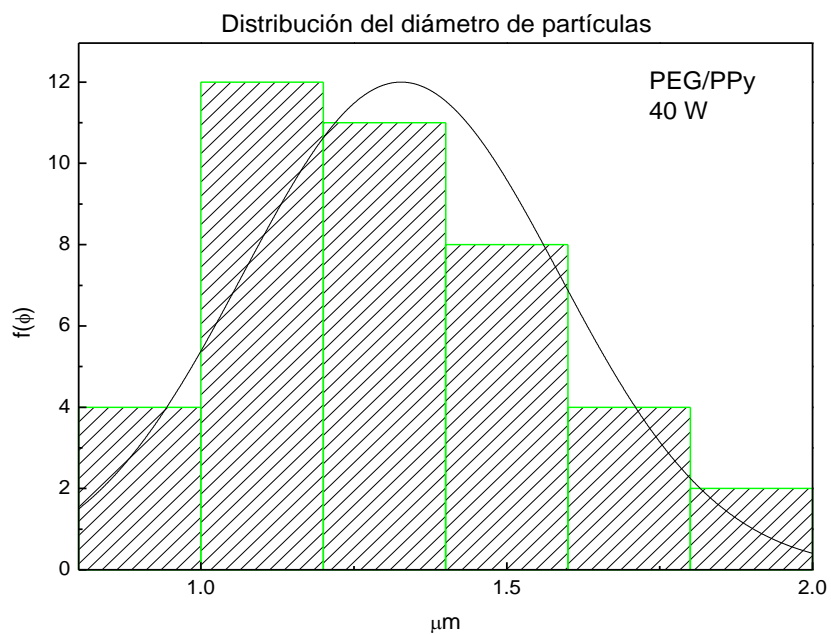


Figura 43 Distribución del diámetro promedio de partículas sintetizadas a 40 W, fuente, elaboración propia.

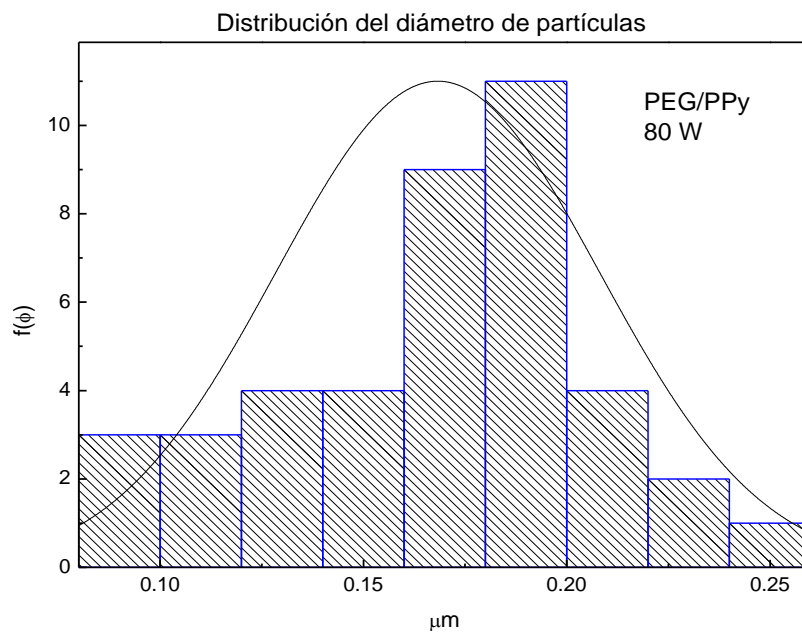


Figura 44 Distribución del diámetro promedio de partículas sintetizadas a 80 W, fuente, elaboración propia.

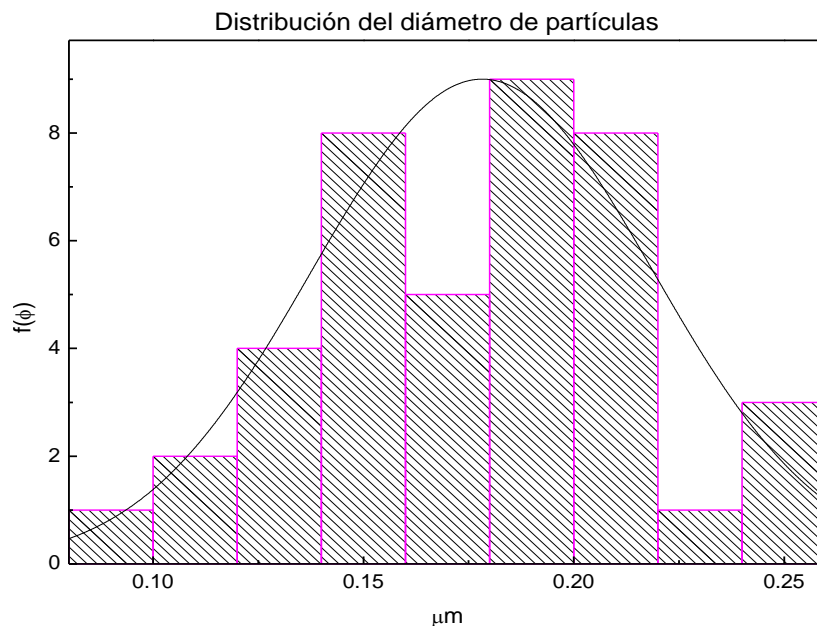


Figura 45 Distribución del diámetro promedio de partículas sintetizadas a 100 W, fuente, elaboración propia.

Comparando las tres gráficas de distribución normal del material PEG/PPy se puede visualizar que las partículas con menor diámetro se sitúan entre los valores 0.0 y 0.4 μm , caso de las partículas obtenidas a 80 W y 100 W.

Para el caso de las partículas obtenidas a 40 W el diámetro de las partículas se encuentra entre los valores 0.9 y 2 μm . Obtenidos estos resultados se parte de la suposición que al no obtener la medición del diámetro de las partículas a 60 W de PEG/PPy estas se pudieran situar entre los valores 0.4 y 0.8 μm debido a que si la potencia aumenta se obtienen partículas de menor diámetro.

Obteniendo como resultado que a mayor potencia las partículas de PEG/PPy obtienen un diámetro menor. (ver figura 46)

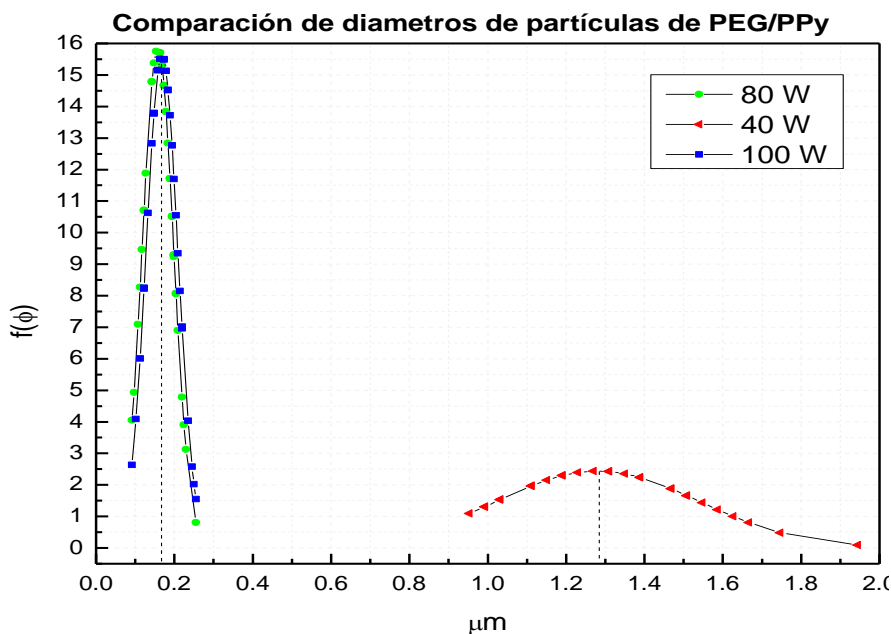


Figura 46 Comparación de diámetros de partículas de PEG/PPy, fuente, elaboración propia.

Partículas de PAn:

Con ayuda del software de distribución libre ImageJ se realiza la medición de partículas de PAn sintetizadas a 80 W, en potencias menores: 40 y 60 W no se obtuvo muestra suficiente del polímero PAn (ver tabla 4) y para la potencia de 100 W las micrografías no se obtuvieron con la suficiente resolución para obtener una medición concreta.

El diámetro promedio de las partículas obtenidas a 80 W del material PAn se encuentra en $0.54 \mu\text{m}$, esto se obtuvo tomando en cuenta la muestra representativa de 41 partículas para su medición y análisis de datos. Con el tratamiento de datos se puede visualizar que la mayoría de las partículas tienen un diámetro cercano al de la media y los datos dispersos al valor central presentan un diámetro menor al de la medida central. (ver figura 47)

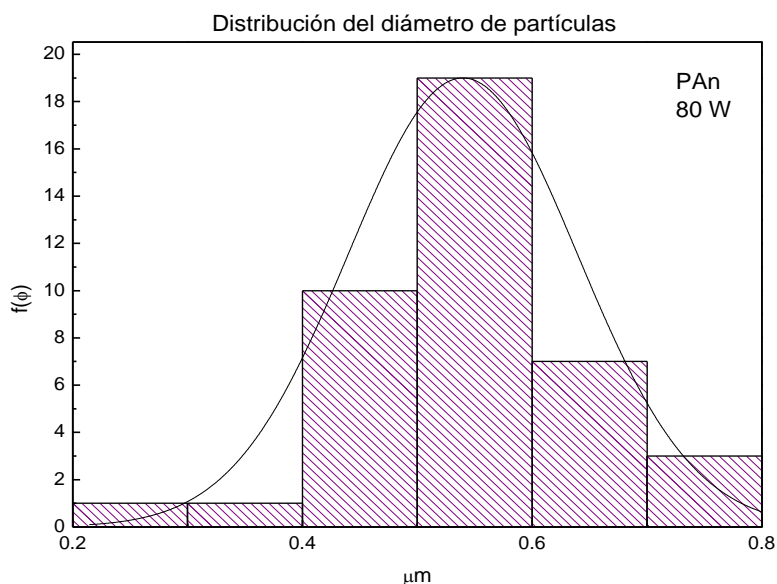


Figura 47 Distribución del diámetro promedio de partículas sintetizadas a 80 W, fuente, elaboración propia.

Partículas de PAI:

En la obtención del diámetro promedio de partículas de PAI se tomó de manera similar que en las PAn y PEG/PPy, una muestra representativa de 41 mediciones de diámetro de partículas.

Para las potencias de 40 y 60 W no se obtuvo la resolución necesaria en las micrografías para efectuar mediciones concretas, por ello, solo se obtuvo el promedio para las partículas obtenidas a 80 y 100 W. En 80 W el diámetro promedio de partículas es de 0.43 μm , mientras que para partículas de 100 W es de 0.27 μm .

En ambos casos la tendencia a obtener partículas con un diámetro menor se encuentra orientada hacia el lado izquierdo de la Campana de Gauss. También, se observa que cuando la potencia es menor se obtienen partículas de mayor diámetro. (ver figuras 48 y 49)

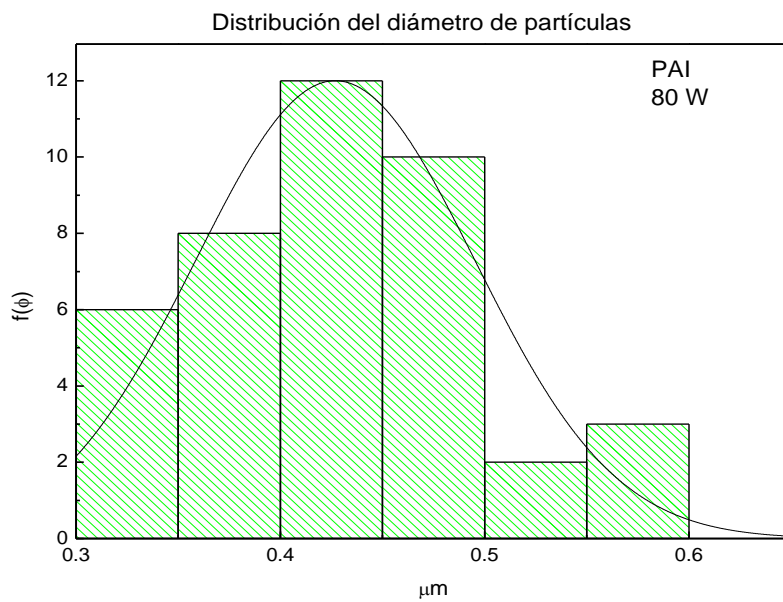


Figura 48 Distribución del diámetro promedio de partículas sintetizadas a 80 W, fuente, elaboración propia.

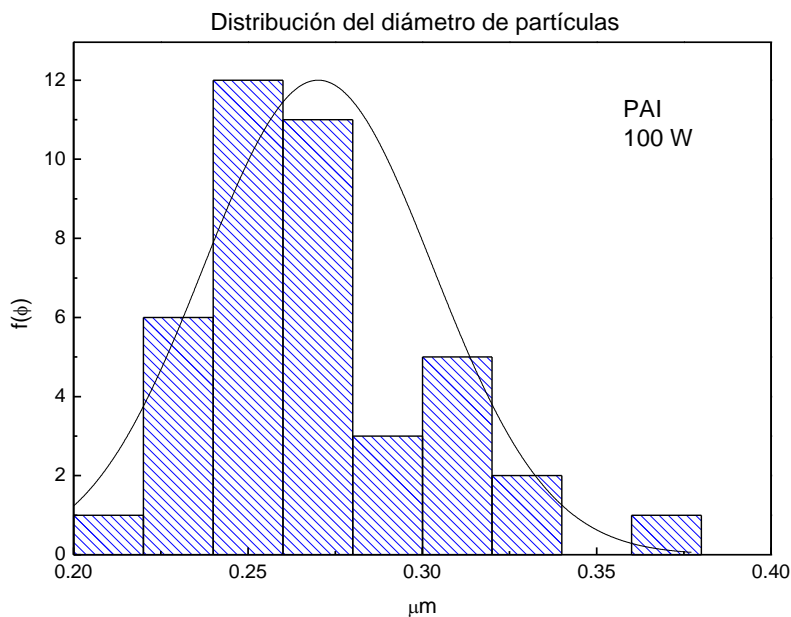


Figura 49 Distribución del diámetro promedio de partículas sintetizadas a 100 W, fuente, elaboración propia.

En la comparación de los diámetros de partículas de PAI a 80 y 100 W se visualiza que el diámetro es menor cuando la potencia es aumentada a 100 W, los diámetros se encuentran en rangos de 0.20 μm y 0.40 μm, mientras que para la potencia de 80 W existe un rango mayor situado entre los valores 0.30 μm y 0.60 μm. (ver figura 50)

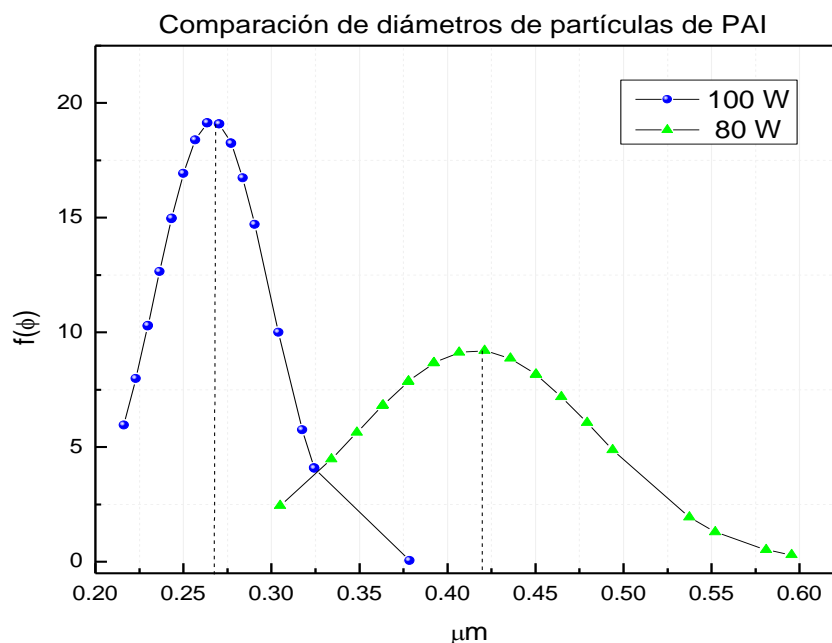


Figura 50 Comparación de diámetros de partículas de PAI, fuente, elaboración propia.

TEM

Partículas de PEG/PPy:

En la parte estructural de las partículas de PEG/PPy sometidas para su análisis a Microscopía Electrónica de Transmisión, es posible observar dos aspectos importantes de las partículas, el primero de ellos es que las partículas obtenidas son sólidas en su totalidad, así como el alcance de tamaños nanométricos y la segunda es que hay partículas que poseen un núcleo y una coraza (capa externa).

En la figura 51 se muestra como las partículas de PEG/PPy están aglomeradas pareciendo ser sólidas, de las cuales de una muestra de 30 partículas y analizadas con ayuda del software ImageJ se obtuvo un tamaño promedio de 93.12 nm. (ver figura 51)

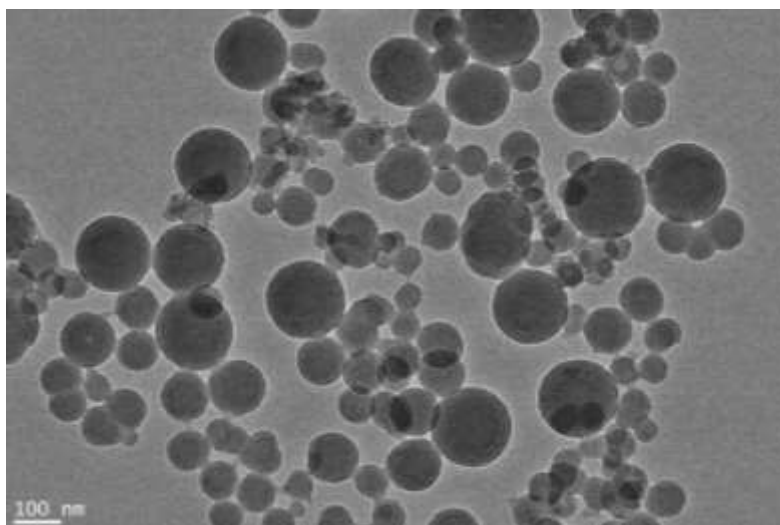


Figura 51 Morfología obtenida por TEM, se visualiza la formación de cadenas no lineales, fuente, elaboración propia.

Al realizar el tratamiento de datos en la obtención de mgr de partículas de PEG (ver tabla 5) se visualiza que no se obtuvo material para examinar su morfología, por ello, al llevar a cabo la combinación de PEG y de PPy durante la síntesis por plasma se parte del supuesto en que el núcleo de la partícula pertenece a PEG y la coraza corresponde a PPy, mientras que de una muestra representativa de 25 partículas se obtuvo un promedio de tamaño de 89.91 nm. (ver figura 52)

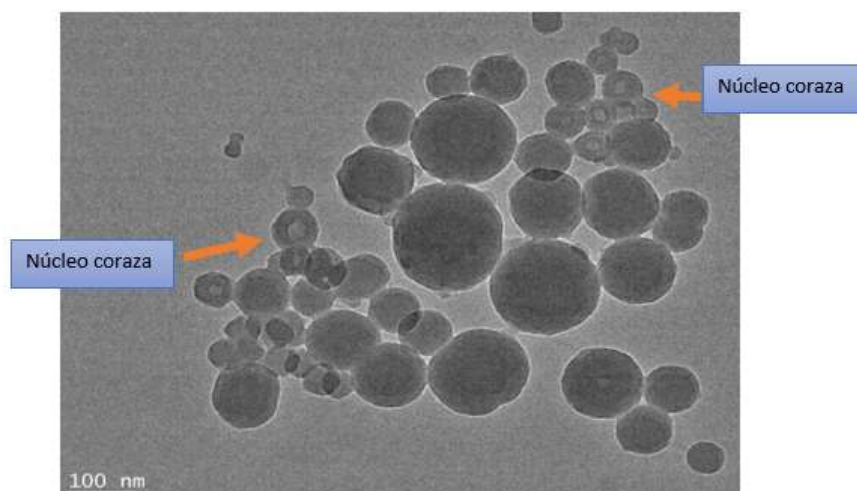


Figura 52 Visualización de partículas de PEG/PPy con núcleo coraza, fuente, elaboración propia.

Análisis estructural

Para obtener los grupos funcionales químicos se realizó el análisis por Espectroscopia Infrarroja (IR-ATR) de los monómeros y de la síntesis por plasma a las diferentes potencias (40, 80 y 100 W). Los resultados obtenidos se muestran a continuación.

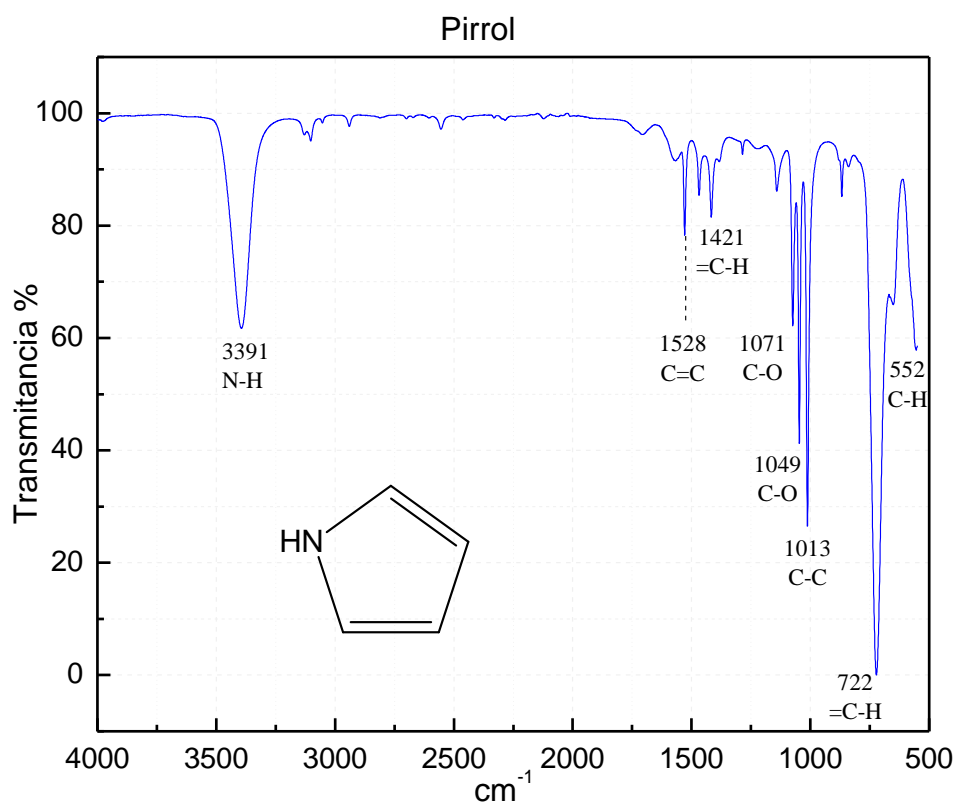


Figura 53 Espectro de IR del monómero de Pirrol, fuente, elaboración propia.

En la figura 53 se observa en orden de izquierda a derecha a la primera absorción localizada en 3391 cm^{-1} con grupos funcionales de N-H, en 1528 cm^{-1} corresponde a el enlace C=C. Para la absorción de 1421 cm^{-1} el grupo funcional se representa por =C-H, mientras que para las absorciones de 1071 y 1049 cm^{-1} se encuentra el enlace C-O. Posteriormente, en 1013 cm^{-1} el grupo funcional localizado fue C-C, finalmente, en la absorción 722 cm^{-1} se encuentra el grupo funcional =C-H y en 552 cm^{-1} yace el enlace C-H. (Coates, 2000)

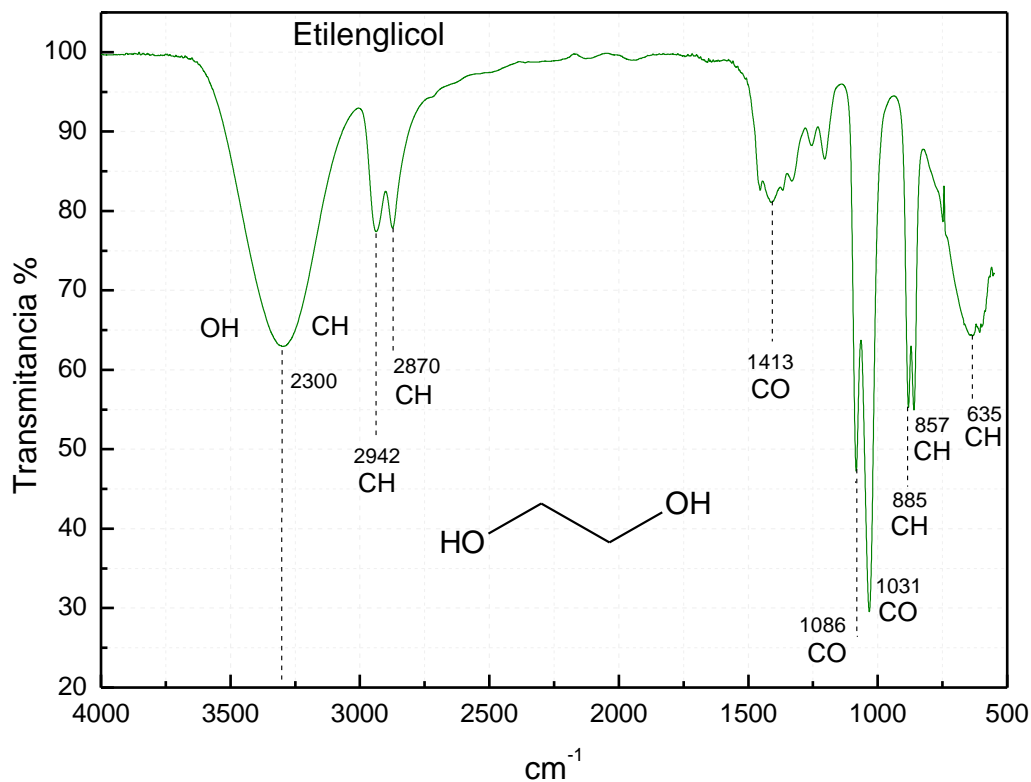


Figura 54 Espectro de IR del monómero de Etilenglicol, fuente, elaboración propia.

En la figura 54 para la absorción de 2300 cm^{-1} se encuentran los enlaces OH y CH al igual que para las absorciones de 2942 y 2870 cm^{-1} se localiza el grupo funcional CH. Para absorciones de 1413 , 1086 y 1031 cm^{-1} se encuentra el enlace CO, finalmente, el grupo funcional de CH se localiza también en la absorción de 885 , 857 y 635 cm^{-1} . (Barraza, et, al, 2013)

Al comparar los grupos químicos funcionales de los monómeros de pirrol y etilenglicol con el copolímero de PEG/PPy a 100 W se puede visualizar que en la absorción de 3402 cm^{-1} se encuentran los enlaces OH, NH y CH, en la absorción de 2937 cm^{-1} se encuentra el grupo funcional CH, estos grupos se encuentran en los monómeros. Para la absorción de 2189 cm^{-1} los grupos funcionales son $\text{C}=\text{C}$, $\text{C}\equiv\text{C}$, característicos de la síntesis por plasma, en 1654 cm^{-1} se encuentra el enlace $\text{C}=\text{C}$, mientras que para la absorción de

1378 cm^{-1} se encuentra los enlaces CH. Finalmente, en 1076 cm^{-1} se encuentra el enlace CO y en la absorción de 638 cm^{-1} se encuentra el grupo funcional CH. (Morales, et, al, 2008) (ver figura 55)

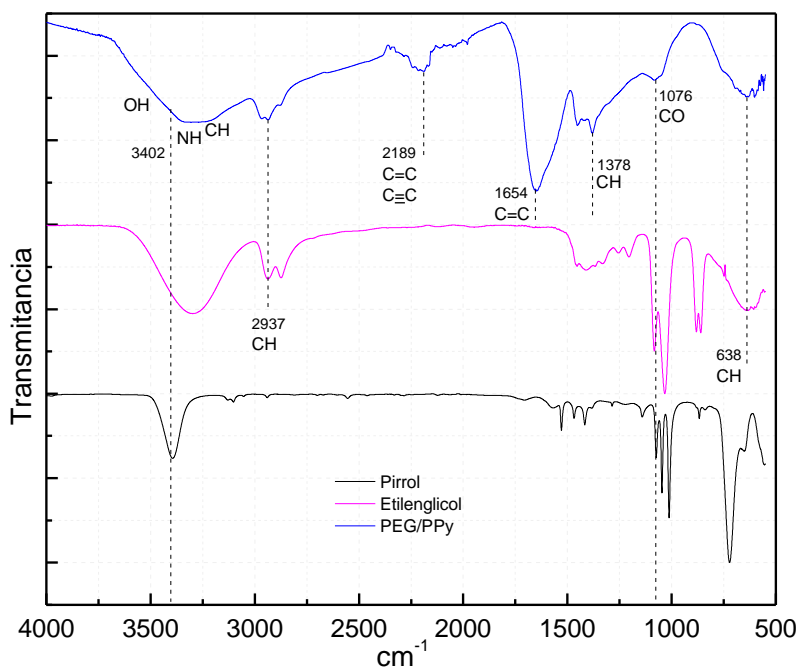


Figura 55 Espectro de en la comparación de los grupos químicos funcionales obtenidos en Pirrol, Etilenglicol y PEG/PPy, fuente, elaboración propia.

En la comparación de los análisis de IR-ATR para las síntesis de PEG/PPy, se observa que en las tres potencias (40, 80 y 100 W) se mantuvieron los picos característicos con los mismos grupos químicos funcionales, siendo entonces; en la absorción de 3405 cm^{-1} se encuentran los enlaces OH, NH, CH. Para la absorción de 2929 cm^{-1} se obtuvo el enlace CH, en 2187 cm^{-1} los grupos funcionales son C=C, C≡C, también, en la absorción de 1648 cm^{-1} se encuentra el enlace C=C mientras que en 1382 cm^{-1} son asignados a CH. Finalmente, para la absorción de 1074 se encuentra el grupo funcional CO y para 639 cm^{-1} yace el enlace CH. (Endo, et, al, 2012) (ver figura 56)

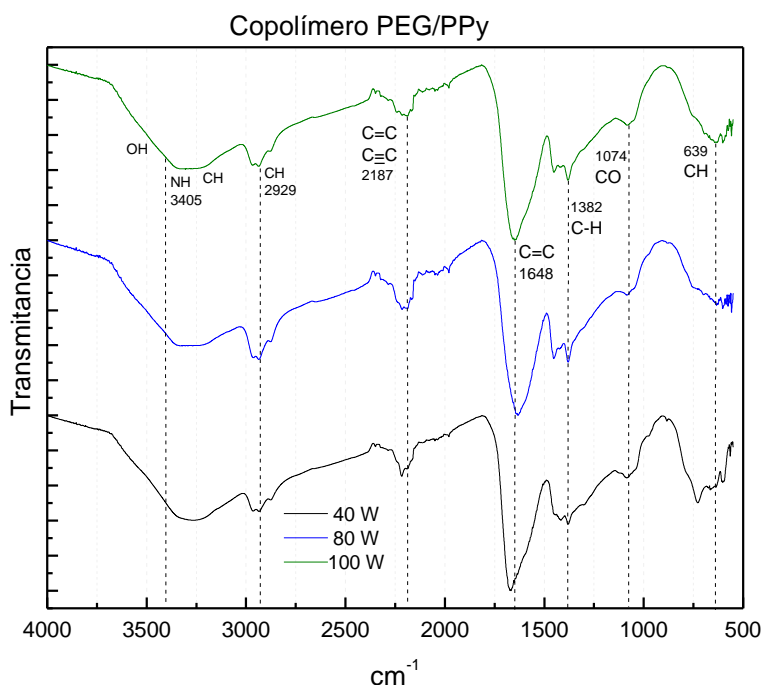


Figura 56 Espectro de en la comparación de los grupos químicos funcionales obtenidos en las partículas de PEG/PPy, fuente, elaboración propia.

Grupos químicos funcionales de Anilina

En la obtención del espectro IR-ATR para el monómero de Anilina se obtuvo en la absorción de 3430 cm^{-1} un enlace OH, en 3352 cm^{-1} un grupo funcional de NH. Para la absorción de 3212 cm^{-1} existe el enlace CH, en 3037 cm^{-1} el grupo funcional encontrado corresponde a CH, mientras que para la absorción de 2362 cm^{-1} se encuentra el enlace $=\text{C}=\text{}$. Además, en las absorciones de 1597 corresponde al enlace $\text{C}=\text{C}$, mientras que para 1498 se encuentra el enlace $\text{C}-\text{N}$ y en 1273 cm^{-1} el grupo funcional $\text{C}-\text{C}$, también, en la absorción de 1176 cm^{-1} se encuentra el enlace NH. Finalmente, en la absorción de 993 cm^{-1} se encuentra el enlace CH, mientras que para 881 cm^{-1} el enlace encontrado es CH, y para la absorción de 747 cm^{-1} el grupo funcional CH, así como para 691 cm^{-1} el enlace $\text{CH}=\text{CH}$. (Ver figura 57) (Mukherjee, et, al, 2012)

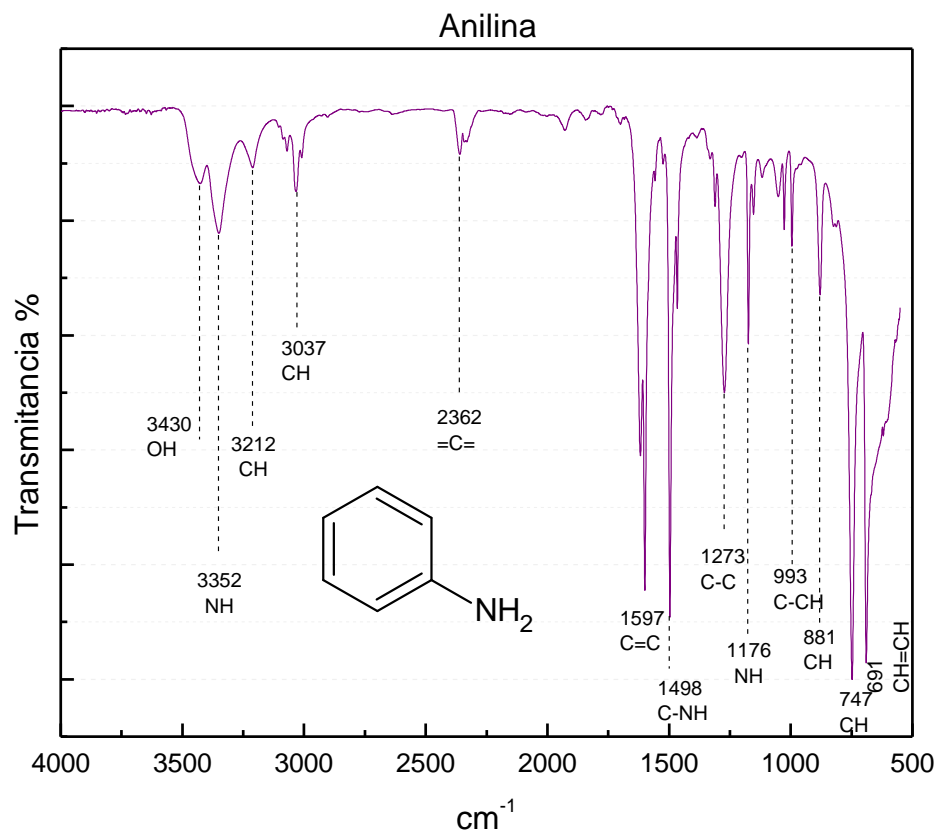


Figura 57 Espectro de IR del monómero Anilina, fuente, elaboración propia.

En la comparación del monómero de Anilina con el del polímero de PAn se obtuvo en la absorción de 3362 cm⁻¹ se conserva el grupo funcional NH, y, para las absorciones de 1597, 1498 y 747 cm⁻¹ se conservan los enlaces característicos de la Anilina. Finalmente, para la absorción de 691 cm⁻¹ se encuentra el enlace CH=CH. (Ver figura 58)

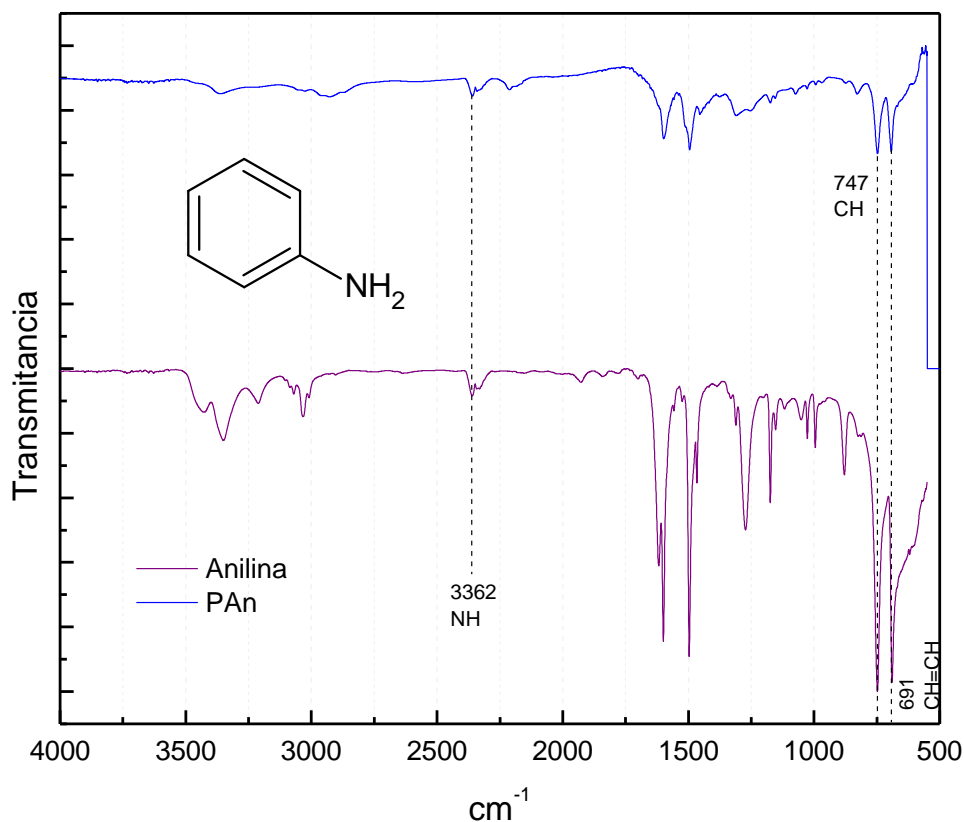


Figura 58 Espectro de IR en la comparación de los grupos químicos funcionales obtenidos en Anilina y PAn, fuente, elaboración propia.

Grupos químicos funcionales PAI

Para el monómero de Alilamina, analizado por medio de IR-ATR, se observa que para la absorción centrada en 3289 cm^{-1} , se encuentra el enlace NH, mientras que para los picos localizados en las absorciones de; 3079 y 2924 cm^{-1} , corresponde a los grupos funcionales CH, mientras que para 1639 cm^{-1} es característico de C=C, en 1414 cm^{-1} , se encuentra el grupo funcional NH, en las absorciones 1105 , 993 , y 916 cm^{-1} se encuentran los grupos CH. (ver figura 59) (Fahmy, et, al, 2018)

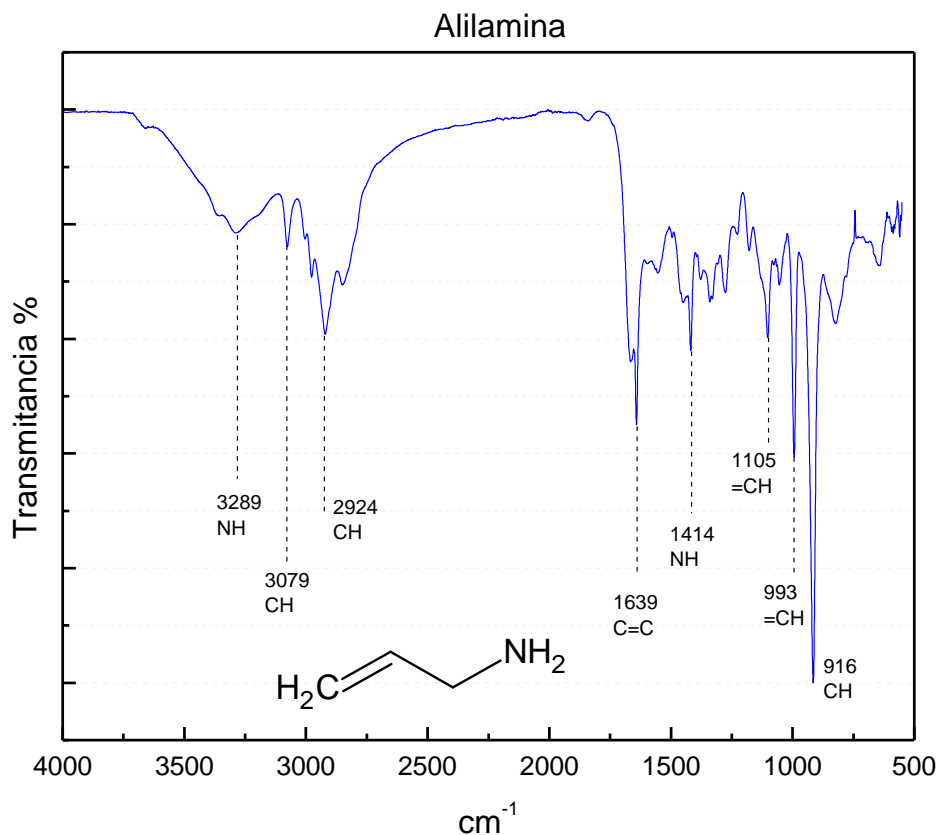


Figura 59 Espectro de IR del monómero Alilamina, fuente, elaboración propia.

En la comparación del monómero de Alilamina y la del polímero de PAI se obtuvo el análisis siguiente; para absorciones de 3298 el grupo característico corresponde a los enlaces NH, en 2924 cm^{-1} el enlace corresponde a CH, para la absorción de 2362 cm^{-1} se asigna a los enlaces =C= característicos de la síntesis por plasma, para la absorción de 1639 cm^{-1} se encuentra el grupo funcional CH. Posteriormente en 1456 cm^{-1} se encuentra el grupo funcional NH y para 1372 el grupo funcional C≡N. Finalmente para la absorción de 670 cm^{-1} el enlace CH. (ver figura 60).

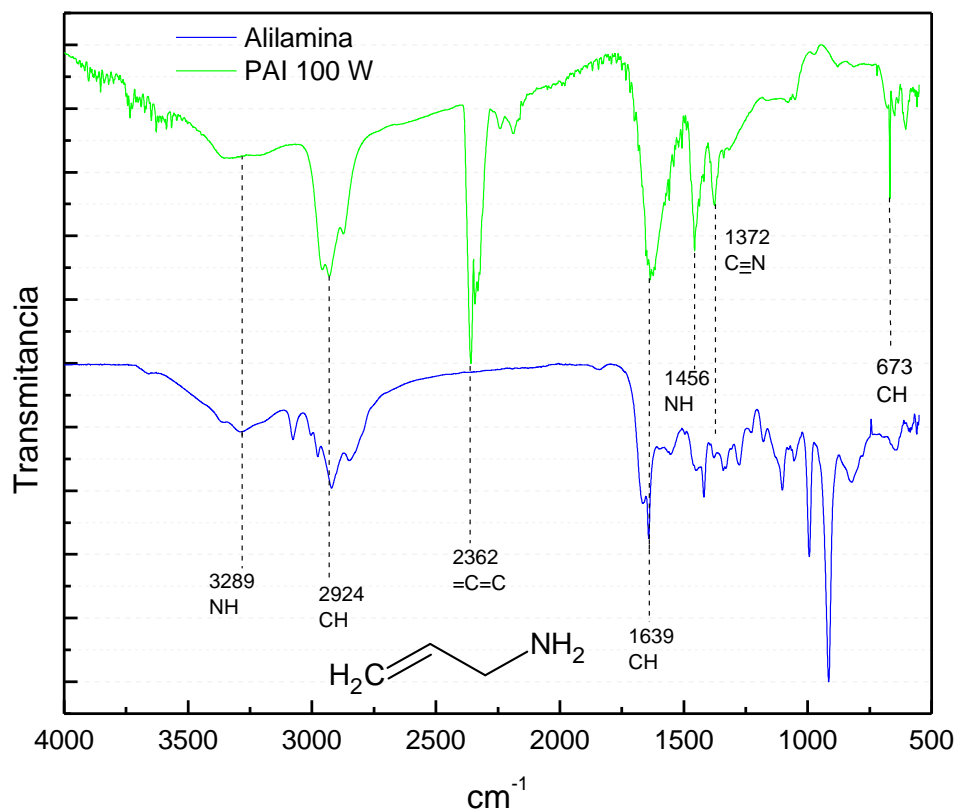


Figura 60 Espectro de IR en la comparación de los grupos químicos funcionales obtenidos en Alilamina y PAI, fuente, elaboración propia.

Estructura Superficial

Espectroscopia Fotelectrónica de Rayos X (XPS)

Generalmente cuando en las superficies se presenta un cambio de fases entre el material y la atmosfera las estructuras de los materiales presentan características ajenas al volumen total del material, así, al entrar en contacto con el medio ambiente se obtienen características con relación a la estructura de los materiales en combinación con los fluidos que los rodean. (Watts, et, al, 2003)

Se muestran los espectros generales obtenidos de las muestras analizadas de los materiales PEG/PPy, PAn y PAI sintetizados por plasma a diferentes potencias, donde se muestra el porcentaje atómico obtenido de sus elementos correspondientes.

En la figura 61 se observa el análisis XPS del material PEG/PPy a 40 W. La estructura superficial de la muestra está formada por C y N, y también se encuentra O producto de la copolimerización, mientras que con menor porcentaje se encuentra Si, la presencia de este elemento puede ser resultado de una posible contaminación con el ambiente externo. (González, et, al, 2014)

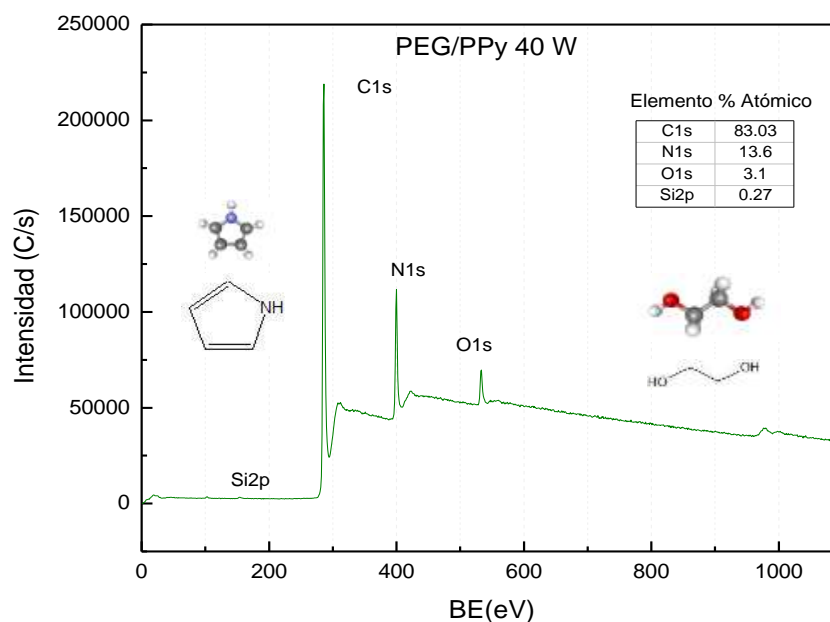


Figura 61 Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) del material PEG/PPy a 40 W, fuente, elaboración propia.

La estructura superficial de la muestra tomada del material de PEG/PPy a 80 W muestra en el análisis XPS que se encuentran los elementos C, N y O como característicos del copolímero, sin embargo, existe también Si siendo un agente contaminante del ambiente externo. (ver figura 62)

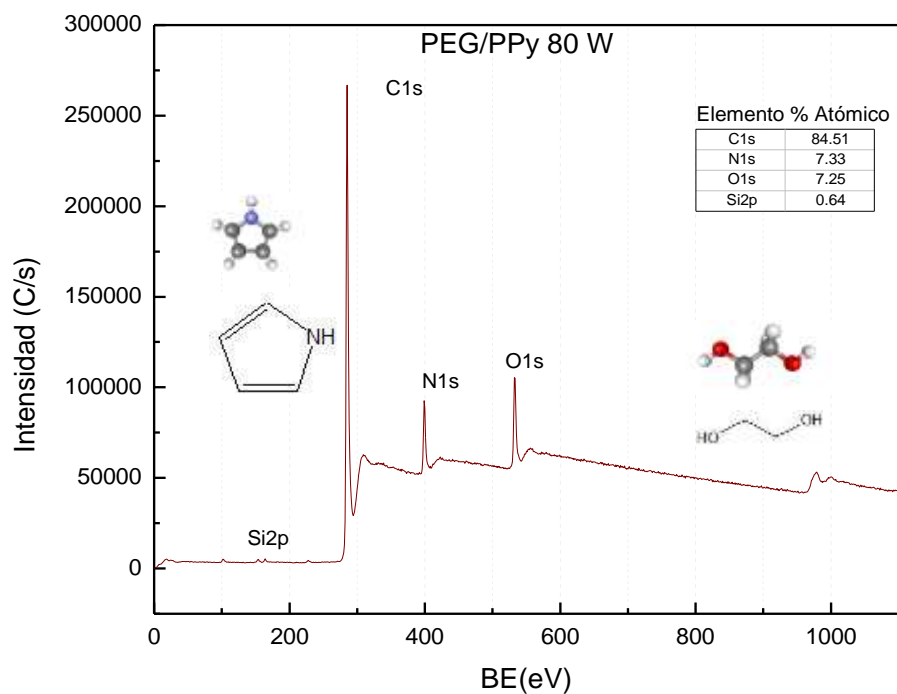


Figura 62 Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) del material PEG/PPy a 80 W, fuente, elaboración propia.

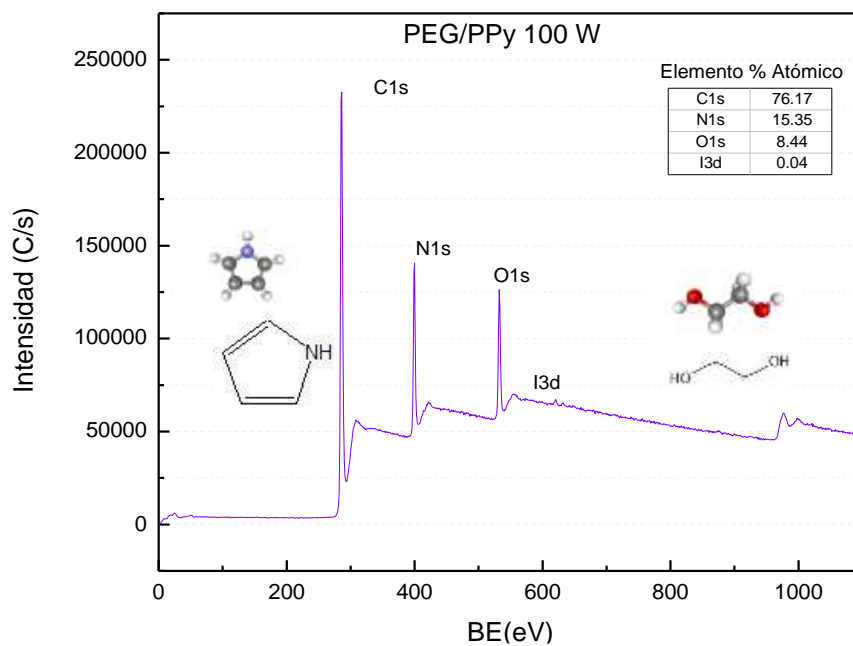


Figura 63 Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) del material PEG/PPy a 100 W, fuente, elaboración propia.

Al igual que lo obtenido en la muestra de 40 y 80 W del material PEG/PPy, para la muestra de 100 W en el análisis de XPS se encuentran los elementos C, N y O, aunque el elemento ajeno en esta síntesis es I. (ver figura 63) (González, et, al, 2014)

En la figura 64 se muestra el análisis realizado por XPS del material PAn a 80 W, donde se observa que en la estructura superficial se encuentran los elementos C y N, siendo parte de la estructura O y como agente contaminante se encontró a Si. (Crist, 1998)

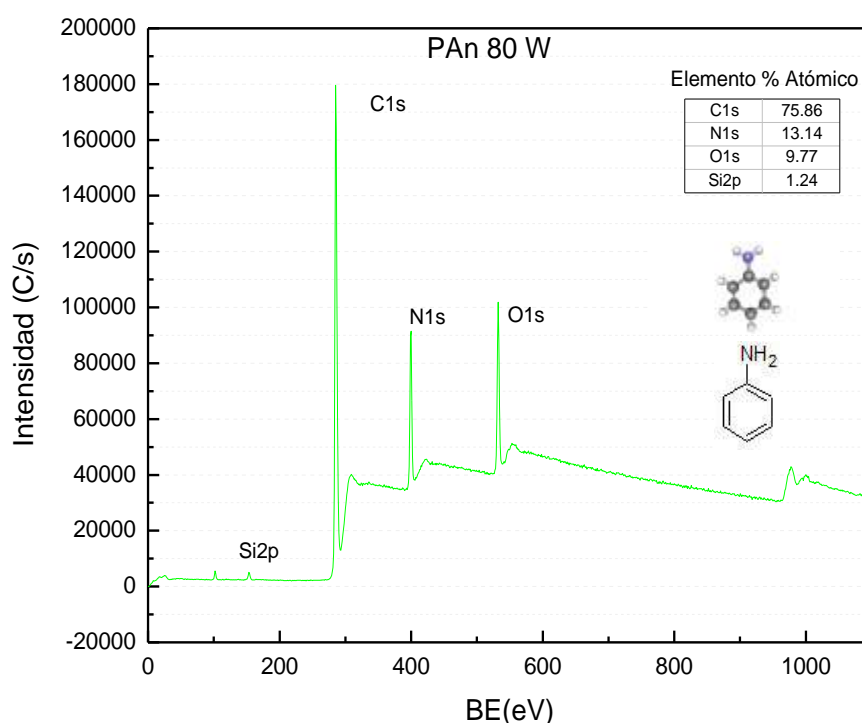


Figura 64 Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) del material PAn a 80 W, fuente, elaboración propia.

Para el material PAI de potencia 80 W, los resultados obtenidos mediante XPS se muestra que la estructura superficial se conforma de los elementos C y N, localizándose también O, este puede ser debido al aire residual dentro del reactor a la hora de la polimerización. (ver figura 65)

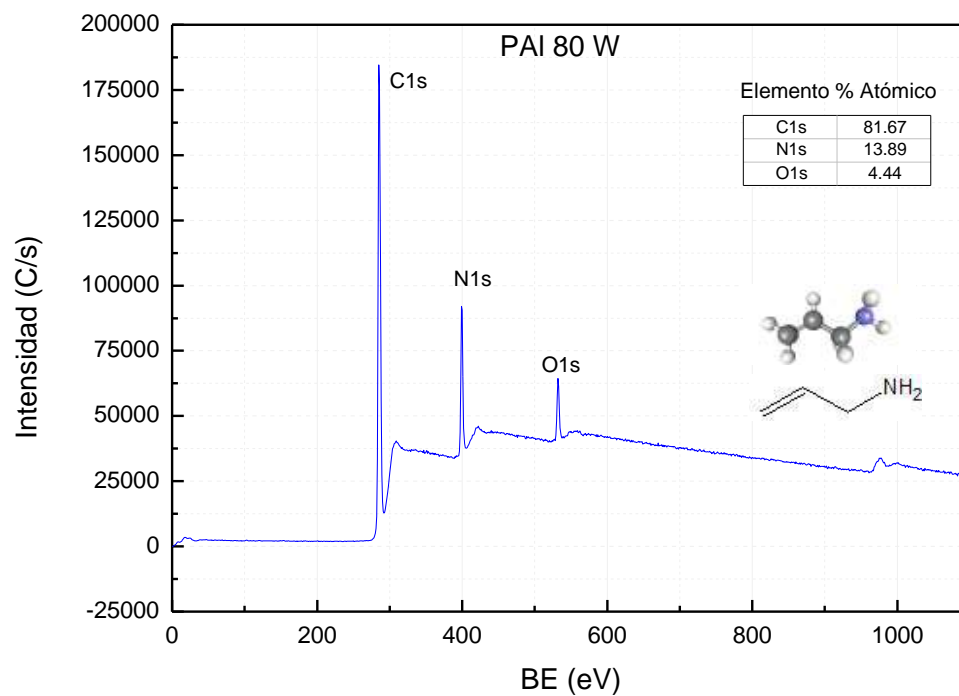


Figura 65 Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) del material PAI a 80 W, fuente, elaboración propia.

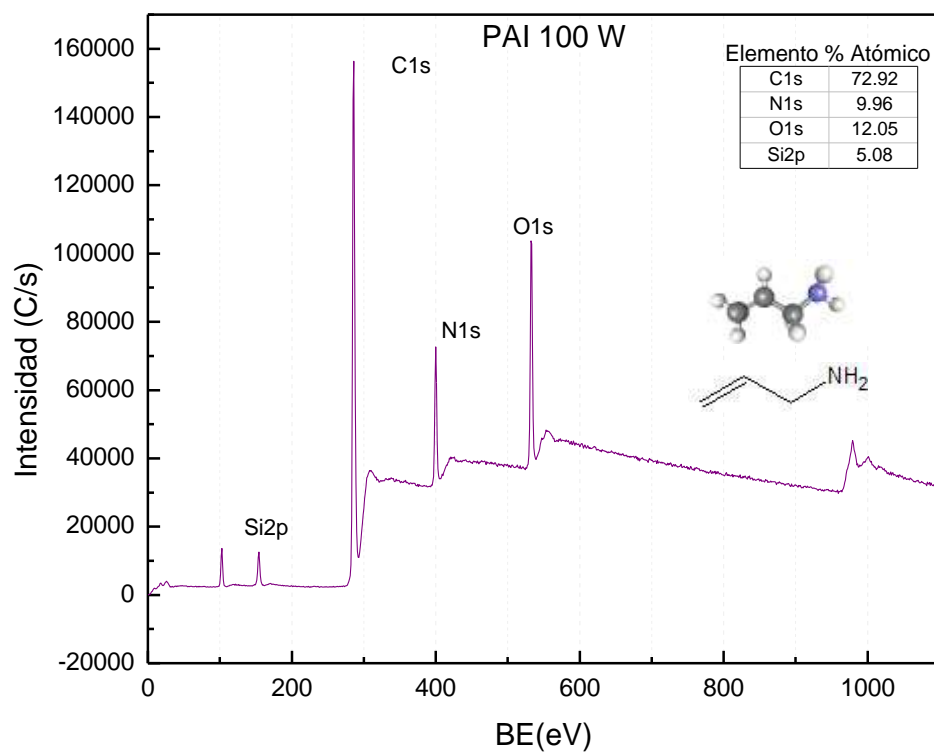


Figura 66 Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS) del material PAI a 100 W, fuente, elaboración propia.

Finalmente, en lo obtenido por el análisis XPS del material PAI a 100 W lo obtenido en la estructura superficial fueron los elementos C y N, también se encontró O y un elemento contaminante correspondiente a Si. (ver figura 66) (Cruz, et, al, 2017)

Costos de experimentación

El resultado de costos para llevar a cabo este proyecto de investigación se resume en la siguiente tabla:

Producto	Cantidad	Unidad de medida	Costo	Total
Agua desionizada	800	mL	\$ 19.96	\$ 19.96
Acetona	400	mL	\$ 58.00	\$ 58.00
Espátula	1	pza	\$ 131.00	\$ 131.00
Guantes	3	pares	\$ 20.00	\$ 60.00
Cubrebocas	2	pzas	\$ 19.00	\$ 38.00
Parafilm	1	pza	\$ 222.10	\$ 222.10
Pinzas	1	pza	\$ 235.00	\$ 235.00
Portaobjetos	2	pzas	\$ 109.00	\$ 218.00
Caja petri	3	pzas	\$ 89.00	\$ 267.00
Jabón neutro	1	mL	\$ 0.15	\$ 0.15
Fibra para lavar	1	pza	\$ 10.00	\$ 10.00
Escobillón para lavar	1	pza	\$ 170.00	\$ 170.00
Desecador de vidrio	1	pza	\$ 6,820.00	\$ 6,820.00
Mortero	1	pza	\$ 439.00	\$ 439.00
Agua potable para lavar y enjuagar	10	mL	\$ 0.06	\$ 0.06
Agua DESIONIZADA para darle el último enjuague	800	mL	\$ 19.96	\$ 19.96
Pirrol	23.08	mL	\$ 122.69	\$ 490.76
Etilenglicol	4	mL	\$ 51.23	\$ 51.23
Anilina	5.77	mL	\$ 99.66	\$ 99.66
Alilamina	5.77	mL	\$ 122.69	\$ 122.69
Mano de obra directa	1	NA	\$ 28,750.00	\$ 28,750.00
Microscopia Electronica de Barrido	1	hr	\$ 1,880.00	\$ 18,800.00
Espectroscopía Infrarroja	1	hr	\$ 1,000.00	\$ 2,000.00
Microscopia Óptica	1	hr	\$ 500.00	\$ 2,500.00
TEM	1	hr	\$ 3,586.00	\$ 14,344.00
Energia electrica	7	kWh	\$ 2.00	\$ 13.97
			TOTAL	\$ 75,880.55

Tabla 10 Costo total de la experimentación para obtener partículas poliméricas de PEG/PPy, PAI y PAn, fuente, elaboración propia.

Cabe destacar que se utilizaron 10 horas de Microscopía Electrónica de Barrido.

CAPITULO V

Conclusiones

Como parte final del trabajo realizado se lograron obtener las características morfológicas, superficiales y estructurales de las partículas sintetizadas por plasma de resplandor, llevando a cabo el tratamiento de datos y la interpretación de estos.

El conocer la parte teórica fundamental fue preciso para tener un conocimiento previo a la realización del análisis de las características de los polímeros y copolímeros, conceptos como plasma, polímeros y copolímeros, técnicas de caracterización y partículas.

En la elección de los monómeros con potencial biocompatible se eligieron 4, Pirrol, Anilina, Alilamina y Etilenglicol debido a que en sus moléculas se encuentran partículas de Carbono, Nitrógeno, Oxígeno e Hidrogeno que son elementales para ser consideradas con potencial biológico.

En el proceso de síntesis por plasma se trabajó con cuatro potencias diferentes (40, 60, 80 y 100 W), esto para obtener partículas de los copolímeros PEG/PPy, PAI/PEG y de los polímeros PPy, PAn y PAI, se obtuvieron partículas del copolímero PEG/PPy a potencias de 40, 80 y 100 W. Para el polímero de PAn se obtuvo material para su análisis a una potencia de 80 W y para PAI se obtuvieron partículas únicamente a 80 y 100 W.

En la técnica de caracterización por TEM solo se obtuvo una muestra del material PEG/PPy a 100 W donde se visualizó la obtención de partículas cuasi esféricas y en algunos casos la formación de partículas con núcleo coraza, además, a 100 W de potencia se pueden obtener partículas de tamaño nanométrico siendo de la primera toma

un tamaño promedio de 93.12 nm y de la segunda toma un tamaño promedio de 89.91 nm.

Los tamaños obtenidos para PEG/PPy las partículas sintetizadas a 40 W tienen un diámetro promedio de 1.33 μm , las partículas de 80 W tienen un diámetro promedio de 0.17 μm , y a 100 W se obtuvo un diámetro promedio de 0.18 μm , en PAn el diámetro promedio de las partículas obtenidas a 80 W se encuentra en 0.54 μm , mientras que para PAI en 80 W el diámetro promedio de partículas es de 0.43 μm y para partículas de 100 W es de 0.27 μm . Con esto se determinó que a mayor potencia es menor el diámetro de las partículas.

En el análisis estructural se encontró el contenido elemental; para PEG/PPy C, I, y O en las potencias de 60, 80 y 100 W, en 40 W se encontró C y O, en PAn se encontró C, I, O y N en 80 W y para PAI se obtuvo C, I, O y N en 80 W, mientras que en 100 W se encontró C, O y N.

También, para el análisis superficial mediante la técnica de caracterización IR-ATR se encontraron grupos funcionales químicos como: OH, CH, NH, C=C, CO, CC y CH.

Finalmente, mediante la técnica XPS se analizó de manera general la superficie del copolímero PEG/PPy, obteniendo C, N y O en las potencias de 40 y 80 W, mientras que para 100 W se obtuvo C, N, O y I. En PAn se obtuvo C, N, O y Si a 80 W. Para PAI se obtuvo C, N y O en 80 W y en 100 W se obtuvo C, N, O y Si. Los elementos que no forman parte de la estructura del material pueden ser resultado de posible contaminación por la interacción en el análisis.

Respondiendo a la hipótesis planteada se concluye en que los polímeros y copolímeros obtenidos por síntesis de plasma tienen potencial biocompatible.

Competencias aplicadas

Materia	Competencia
Química	Adquiere conocimientos básicos sobre la estructura de los compuestos químicos orgánicos e inorgánicos, así como su nomenclatura, propiedades físicas, reactividad, energía y equilibrio, considerando los impactos económicos y al medio ambiente. Toma decisiones con base en los conocimientos adquiridos que permitan seleccionar materiales industriales y asegura las condiciones de sustentabilidad, higiene y seguridad industrial y la responsabilidad social.
Propiedades de los materiales	Conoce y aplica los materiales adecuados en los diferentes procesos industriales de acuerdo con sus características y propiedades para obtener productos de calidad y bajo costo con conciencia de protección del medio ambiente.
Probabilidad y Estadística	<p>Emplea distintos métodos para el cálculo de parámetros estadísticos y realizar el análisis crítico constructivo de cada método.</p> <p>Busca de información confiable y pertinente en diversas fuentes; aplicando el criterio ético en el reconocimiento y valoración de los materiales que pudieran tener valor desde el punto de vista probabilístico o estadístico.</p> <p>Desarrolla capacidad de realizar actividades intelectuales de reflexión, análisis y síntesis, deducción e inducción y pensamiento hipotético, para la toma de decisiones y resolución de problemas con</p>

	<p>sentido ético, desde el punto de vista estadístico.</p> <p>Desarrollo de pensamiento hipotético para análisis de casos, generación de ideas, solución de problemas y transferencia de conocimientos a la práctica.</p>
Taller de investigación I	<p>Elabora un protocolo de investigación en el área de su formación profesional.</p> <p>Busca y clasificar los diferentes tipos de investigación en el ámbito científico y tecnológico dentro y fuera de la institución.</p> <p>Desarrolla los elementos del protocolo en un documento en forma estructurada. Presenta en forma oral y escrita el protocolo de investigación.</p>
Taller de investigación II	<p>Conoce los diferentes tipos de informes de investigación para desarrollar el escrito de al menos uno de ellos.</p> <p>Desarrolla sus habilidades para realizar una presentación de impacto con la meta de participación en ponencia externa.</p>

Referencias

- A Sepúlveda, R., Selamé, E., Roessler, E., Tagle, R., & Valdivieso, A. (2019). Intoxicación por etilenglicol, fisiopatología y enfrentamiento clínico. *Revista médica de Chile*, 147(12), 1572-1578.
- Ardila Arias, A. N., Arriola, E., Reyes Calle, J., Berrio Mesa, E., & Fuentes Zurita, G. (2016). Mineralización de etilenglicol por foto-fenton asistido con ferrioxalato. *Revista internacional de contaminación ambiental*, 32(2), 213-226.
- Barraza-Garza, G., de la Rosa, L. A., Martínez-Martínez, A., Castillo-Michel, H., Cotte, M., & Alvarez-Parrilla, E. (2013). La microespectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIRM) en el estudio de sistemas biológicos. *Revista latinoamericana de química*, 41(3), 125-148.
- Barrera Arocha, A. R. *Polímeros Sintéticos y Biopolímeros en Procesos de Recobro Químico de Crudo Pesado-CEOR*.
- Billmeyer, E. W. (2020). *Ciencia de los polímeros*. Reverté.
- Bogaerts, A., Neyts, E., Gijbels, R. y Van der Mullen, J. (2002). Plasmas de descarga de gases y sus aplicaciones. *Spectrochimica Acta Part B: Espectroscopía atómica*, 57 (4), 609-658.
- Boyd, TJ, Boyd, TJM y Sanderson, JJ (2003). *La física de los plasmas*. Prensa de la Universidad de Cambridge.
- Calderón, H. A. (2020). Microscopía electrónica de transmisión para observar átomos: principios y desarrollo. *Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología*, 13(25), 133-156.
- Calderón, L. E. G. Partículas compuestas para liberación de fármacos activada mediante estímulos térmicos.
- Chabal, YJ (1988). Espectroscopia de infrarrojos de superficie. *Informes de ciencia de superficie*, 8 (5-7), 211-357.
- Chen, FF (2012). *Introducción a la física del plasma*. Springer Science & Business Media.
- Coates, J. (2000). Interpretación de espectros infrarrojos, un enfoque práctico.
- Cobián, J. (2018). El modelo estándar de la física de partículas. *Sociedad Nuclear Española*, 1-13.
- Crist, B. V. (1998). Advanced peak-fitting of monochromatic XPS spectra. *Journal of Surface Analysis*, 4(3), 428-434.

- Cruz, GJ, Gómez, LM, Gonzalez-Torres, M., Gonzalez-Salgado, F., Basurto, R., Colín, E., ... y Olayo, MG (2017). Mecanismos de polimerización en plasma polialilamina. *Revista de ciencia de materiales* , 52 (2), 1005-1013.
- Cruz, GJ, Olayo, MG, López, OG, Gómez, LM, Morales, J. y Olayo, R. (2010). Partículas nanoesféricas de polipirrol sintetizadas y dopadas por plasma. *Polímero* , 51 (19), 4314-4318.
- D'Arrigo, V., & Romano, D. (2019). *Electropolimerización del pirrol sobre cobre y su evaluación como inhibidor en los procesos de corrosión* (Doctoral dissertation, Universidad Nacional de Ingeniería).
- Davidson, MW y Abramowitz, M. (2002). Microscopia óptica. *Enciclopedia de ciencia y tecnología de imágenes* , 2 (1106-1141), 120.
- de los Arcos, T. (2011). *Plasma: el cuatro estado de la materia* (Vol. 21). Editorial CSIC-CSIC Press.
- Endo, K., Ida, T., Shimada, S., Ortiz, JV, Deguchi, K., Shimizu, T. y Yamada, K. (2012). Análisis espectral Valence XPS, IR y C13 NMR de 6 polímeros mediante cálculos químicos cuánticos. *Revista de estructura molecular* , 1027 , 20-30.
- Fahmy, A., Mohamed, TA y Friedrich, JF (2018). Estudios XPS e IR de capas de polímeros de plasma depositadas a partir de alilamina con adición de amoníaco. *Ciencia de superficies aplicadas* , 458 , 1006-1017.
- Feliu Jr, S. (2010). CARACTERIZACION QUÍMICA DE NANOSUPERFICIES. INTRODUCCION A LA ESPECTROSCPIA FOTOELECTRONICA DE RAYOS X (XPS). *Técnicas de laboratorio*, 356, 838-843.
- Gomez, LM, Cruz, GJ, Olayo, MG, Gonzalez-Torres, M., Gonzalez-Salgado, F. y Lopez-Gracia, OG (2014). Análisis de reticulación en partículas de polipirrol sintetizadas por plasma. *Boletín de polímeros* , 71 (12), 3275-3287.
- Gonzalez, T. Absorption-desorption of drugs in porous polymers obtained by plasma.
- González-Torres, M., Olayo, MG, Cruz, GJ, Gómez, LM, Sánchez-Mendieta, V., y González-Salgado, F. (2014). Estudio XPS de la estructura química de biocopolímeros plasmáticos de pirrol y etilenglicol. *Adv Chem* , 2014 , 1-8.
- Kenry y Liu, B. (2018). Avances recientes en polímeros conductores biodegradables y sus aplicaciones biomédicas. *Biomacromoléculas* , 19 (6), 1783-1803.
- MACIAS FERRER, D. A. V. I. D. (2018). Diseño de electro-catalizadores bimetalicos sobre materiales de carbono nanoestructurado para celdas de combustible.

- Medina Rojas, R. (2021). Revisión sistemática: degradación fotocatalítica de la anilina en el tratamiento de aguas residuales textiles.
- Medina, A. H., Guadarrama, J. A. M., & González, R. O. Estudio del efecto del polipirrol dopado con yodo, sintetizado por plasma, en ratas con lesión crónica de médula espinal, por medio de MRI.
- Morales, J., Osorio, C., Montiel, R., Vázquez, H., Olayo, R., Olayo, M. G., ... & Pérez, E. (2008). Autoensamble de capas de polímeros iónicos sobre polietileno funcionalizado por plasma de pirrol. *Superficies y vacío*, 21(3), 1-5.
- Mukherjee, M., Bandyopadhyay, B., Biswas, P. y Chakraborty, T. (2012). Efectos de la inversión de amina en los espectros de IR de la anilina en la fase gaseosa y las matrices de gas inerte frío. *Revista India de Física*, 86 (3), 201-208.
- Olayo, MG, Zúñiga, R., González-Salgado, F., Gómez, LM, González-Torres, M., Basurto, R., y Cruz, GJ (2017). Estructura y morfología de partículas plasmáticas de polifurano. *Boletín de polímeros*, 74 (2), 571-581.
- Penagos, J. I. C. (2013). Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). *Elementos*, 3(3), 133-146.
- Pérez, M. P., Ferrás, M. L. P., Rodríguez, A. T. P., Pérez, Z. M. H., & Pérez, A. P. (2018). Aplicaciones de biomateriales en la Estomatología. *Correo Científico Médico de Holguín*, 22(4), 667-680.
- Pérez-Gómez, EO, Cruz, GJ, García-Rosales, G. et al. Síntesis por plasma de polietileno oxidado potencialmente biodegradable obtenido a partir de etanol. *Polym. Toro.* 77, 6017–6027 (2020).
- Ramirez-Fernandez, O., Godinez, R., Morales, J., Gómez-Quiroz, L., Gutiérrez-Ruiz, M. C., Zuñiga-Aguilar, E., & Olayo, R. (2012). Superficies modificadas mediante polimerización por plasma para cocultivos de modelos hepáticos. *Revista mexicana de ingeniería biomédica*, 33(2), 127-135.
- Redondo, F. L. (2018). Síntesis y caracterización de copolímeros bloque biocompatibles.
- Restrepo, H. F., Cervera, J. G., & Hoyos, B. A. (2005). Síntesis de poli-anilina por oxidación electroquímica. *Dyna*, 72(147), 57-63.
- Seymour, R. B. (2021). *Introducción a la química de los polímeros*. Reverté.
- Smirnov, BM (2007). *Procesos y cinética plasmáticos: 580 problemas resueltos para ciencia y tecnología*. John Wiley e hijos.
- Tanarro, I. (2011). Plasma, el cuarto estado de la materia.

Villanueva-Castañeda, M., Hernandez-Tenorio, C., Balderas-Gutierrez, J. N., & Moreno-Saavedra, H.
Diseño y construcción de una fuente de alto voltaje para la generación de plasma luminiscente
sobre un cátodo electrolítico.

Yasuda, HK (2012). *Polimerización por plasma*. Prensa académica.