



Title: Influencia de óxidos de zinc en una matriz polimérica polar

Author: GAYTÁN-LARA, Francisco Javier GALINDO-GONZÁLEZ, María Del Rosario y
CONTRERAS-LÓPEZ, David

Editorial label ECORFAN: 607-8695
BCONIMI Control Number: 2019-015
BCONIMI Classification (2019): 050319-0015

Pages: 20
RNA: 03-2010-032610115700-14

ECORFAN-México, S.C.
143 – 50 Itzopan Street
La Florida, Ecatepec Municipality
Mexico State, 55120 Zipcode
Phone: +52 1 55 6159 2296
Skype: ecorfan-mexico.s.c.
E-mail: contacto@ecorfan.org
Facebook: ECORFAN-México S. C.
Twitter: @EcorfanC

www.ecorfan.org

Holdings

Mexico	Colombia	Guatemala
Bolivia	Cameroon	Democratic
Spain	El Salvador	Republic
Ecuador	Taiwan	of Congo
Peru	Paraguay	Nicaragua

ZnO

- Polvo blanco
- Absorbente UV
- Compuesto Iónico
- Propiedades ópticas y eléctricas
- ~~Absorbente UV~~
- Actividad fotocatalítica
- Antimicrobiano

Métodos de Síntesis

- Microsíntesis hidrotérmica en emulsión
- Deposición directa en solución acuosa
- Crecimiento de orientación hidrotérmal asistido por surfactante
- Solución de alcohol a reflujo
- Proceso químico simple de Sol-Gel

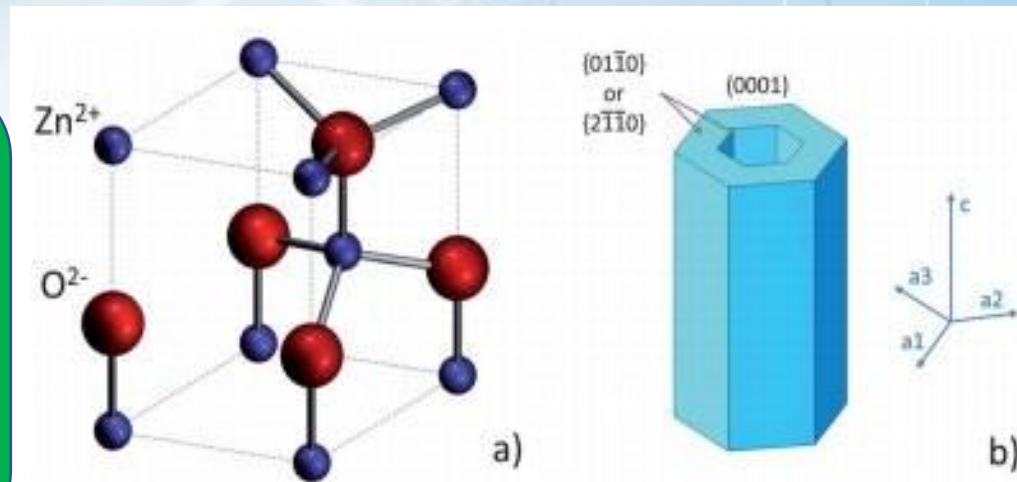


Figura 1 La coordinación tetraédrica de ZnO y (b) la wurtzita hexagonal Modelo de estructura de ZnO. (Taghavi, Mattoli, Mazzolai, Filippeschiab, & Beccai 2013).



Método Sol-Gel

El método de sol-gel involucra una suspensión coloidal de partículas donde el precursor puede ser un metal alcóxido como un aluminato, titanato, borato, silicato, tiosulfato, entre los más utilizados. El método sol-gel es una técnica que conduce a la formación de óxidos mediante reacciones inorgánicas poliméricas.

Tiene 4 etapas características:

Hidrólisis, policondensación, secado y descomposición térmica

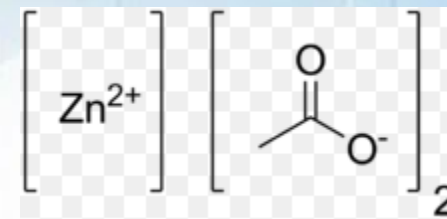
Ventajas del método Sol-Gel

- Facilidad y la baja temperatura de síntesis.
- Permite desarrollar un procedimiento de deposición simple y de bajo costo para obtener nanoestructuras ZnO de gran superficie y de alta calidad para aplicaciones tecnológicas.



Metodología

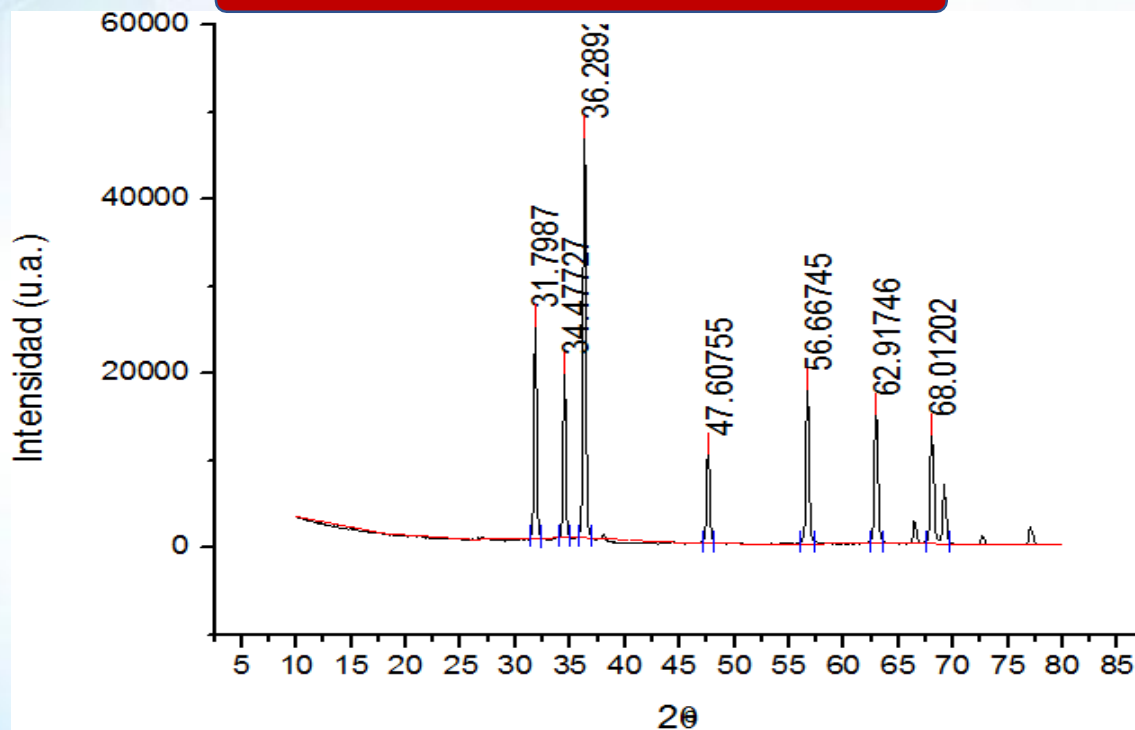
- 1.- 400mL de Solución Acetato de Zn/MeOH 0.06M
- 2.- Estabilización pH=11 con NaOH 0.5M
- 3.- Baño de aceite a 60°C 1h.
- 4.- Baño de hielo 20 min (inmediato)
- 5.- Centrifugación 10 min a 6000 rpm.
- 6.- Lavado en EtOH y centrifugación de nuevo.
- 7.- Secar en crisol 12 h en estufa.
- 8.- Calcinar a 150°C 2h.



Resultados parciales

Caracterización ZnO

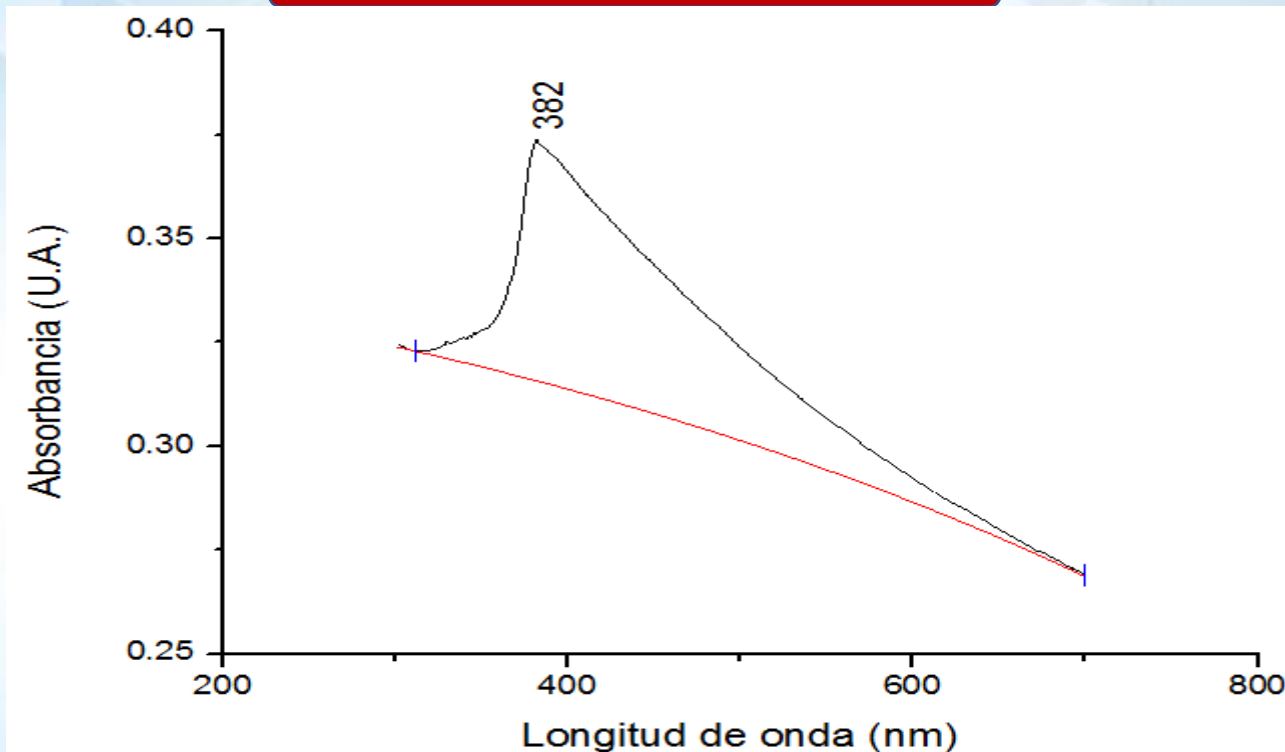
XRD



Gráfica 1 ZnO diffractogram synthesized via sol-gel

Con éstos resultados se confirma la fase hexagonal Wurtzita cuyos picos característicos se localizan en 32.24° (31.79°), 34.42° (34.47°), 36.25° (36.28°), 47.54° (47.60°), 56.84° (56.66°), 62.86° (62.91°), and 68.76° (68.01°).

UV- Vis



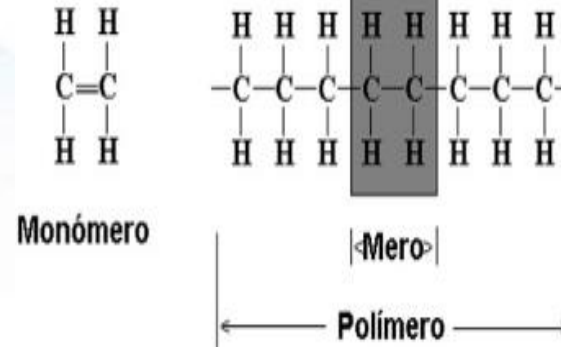
Gráfica 2 Espectro de absorcion UV-Vis película de ZnO.

La presencia de ZnO se confirma conociendo que presenta una banda de absorción en UV-Vis aproximadamente a 370 nm (382 nm).



Conceptos clave

- Polímero
- Monómero
- Copolímero



- Copolímero al azar: A-B-C-A-A-B
- Copolímero Alternado: A-B-A-B-A-B
- Copolímero en Bloque: A-A-A-B-B-B
- Copolímero Injertado: A-A-A-A-A-A-A-A-A-A-A

B B B
B B B

- Envase y empaque
- Automotriz
- Farmacéutica y Medicina
- Construcción
- Eléctrica y Electrónica
- Adhesivos y Pinturas

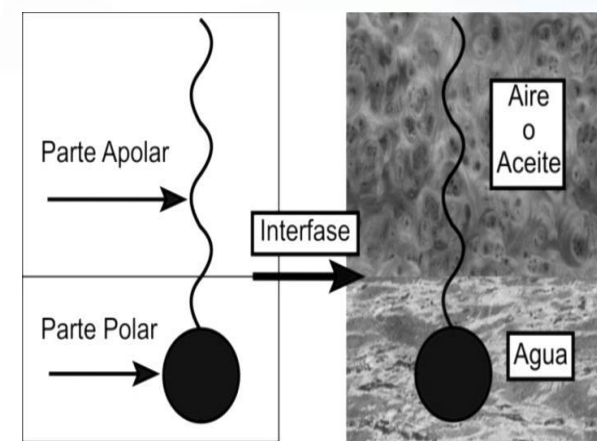
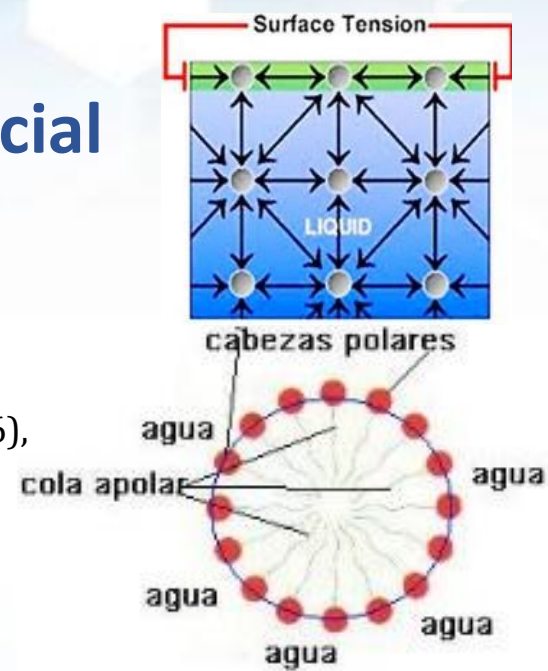


- Polimerización
- Tensión Superficial
- Tensoactivo
- Sal de Na, K
- (Khoshsima and Dehghani, 2016),
- Micelas
- CMC
- Kraft

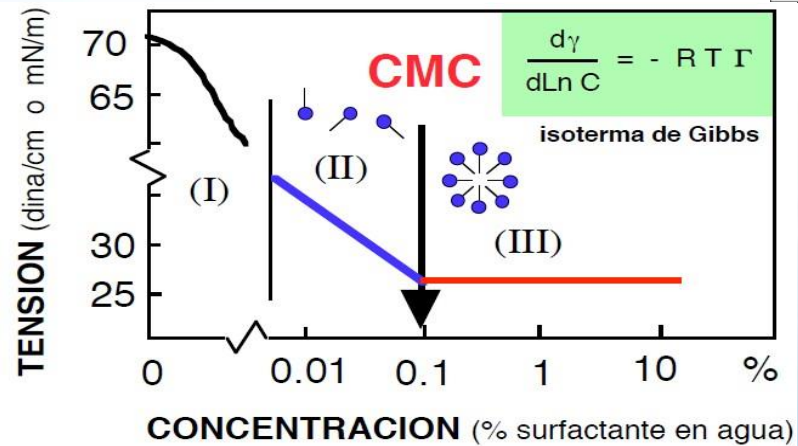
a) Condensación

b) Adición

- 1.- Iniciación
- 2.- Propagación
- 3.- Terminación



(Riojas et al., 2010).



Polimerización en emulsión

- Monómero insoluble
- Iniciador soluble
- Tensoactivo
- CMC
- Radicales Oligómeros

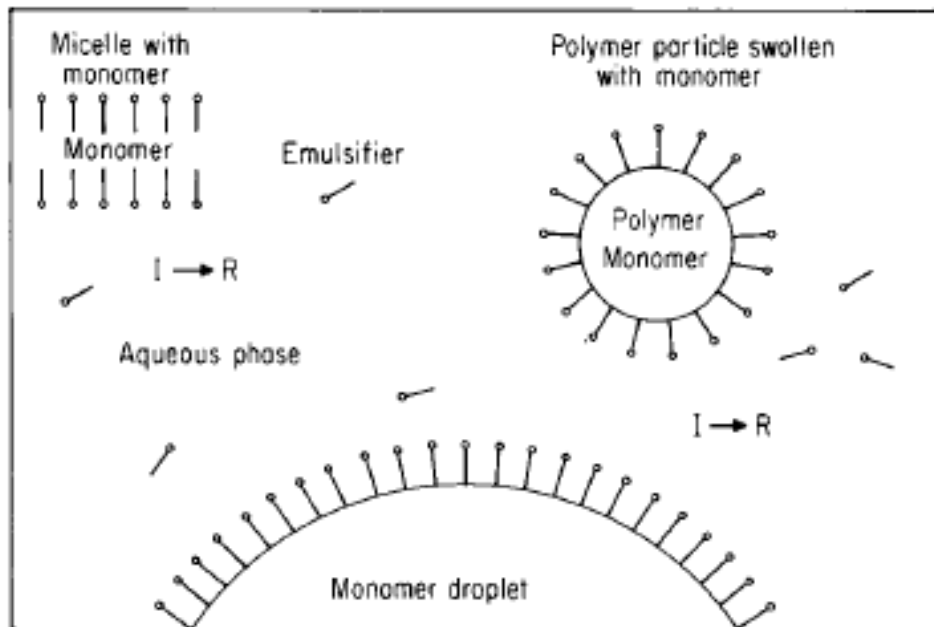


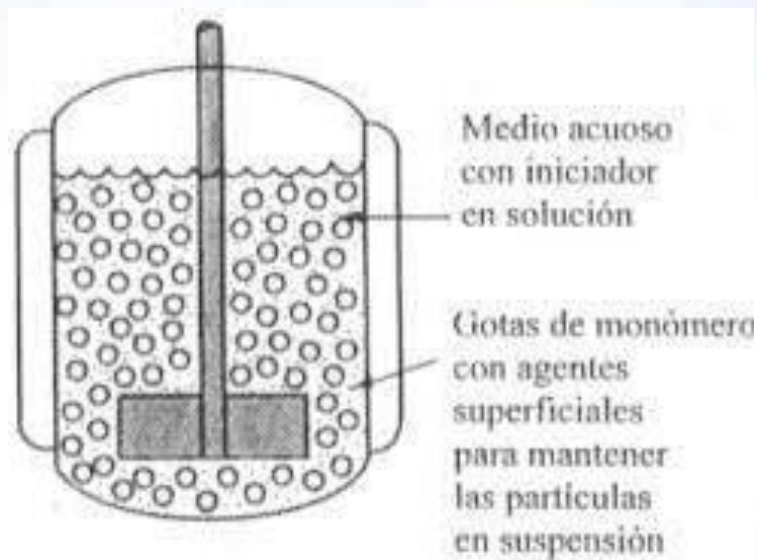
Fig. 4-1 Simplified representation of an emulsion polymerization system.

Harkins - Precursor(1947), Smith & Ewarth - 1948 (matemática del proceso), Gardon – Intervalos (1968).



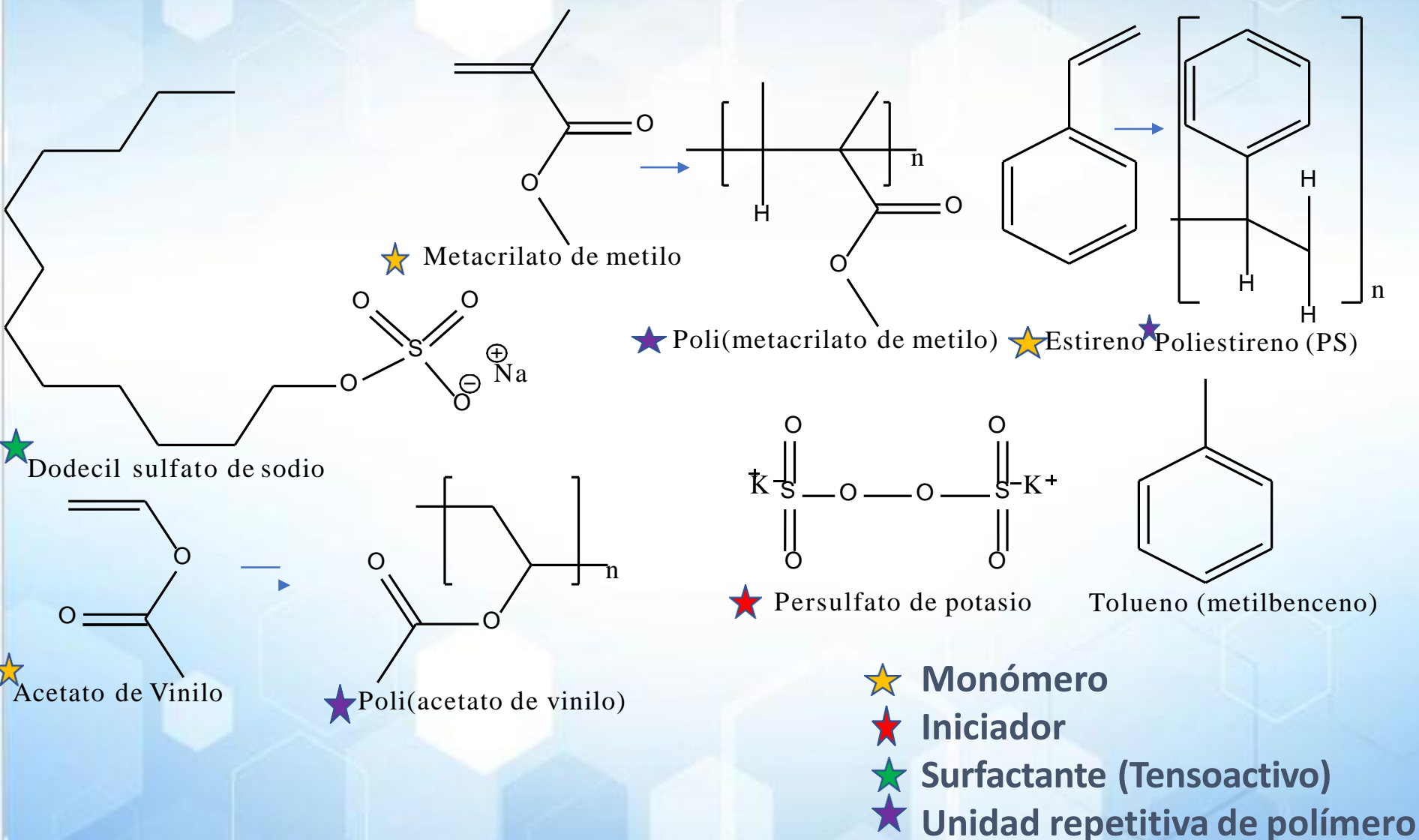
Polimerización en suspensión

- Monómero insoluble
- Iniciador insoluble
- Medio dispersante
- Medio continuo



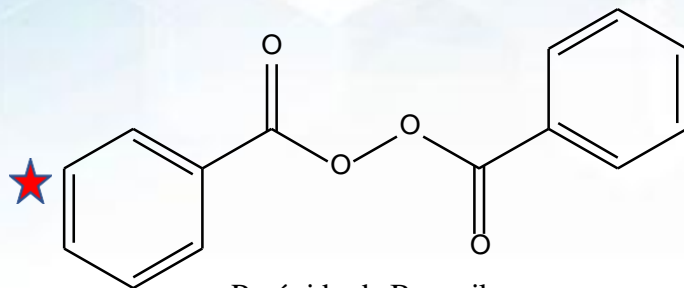


Estructuras de reactivos: Emulsión

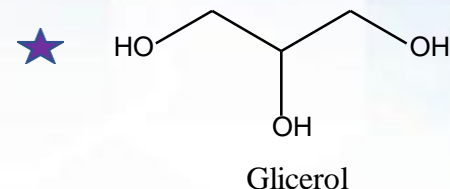




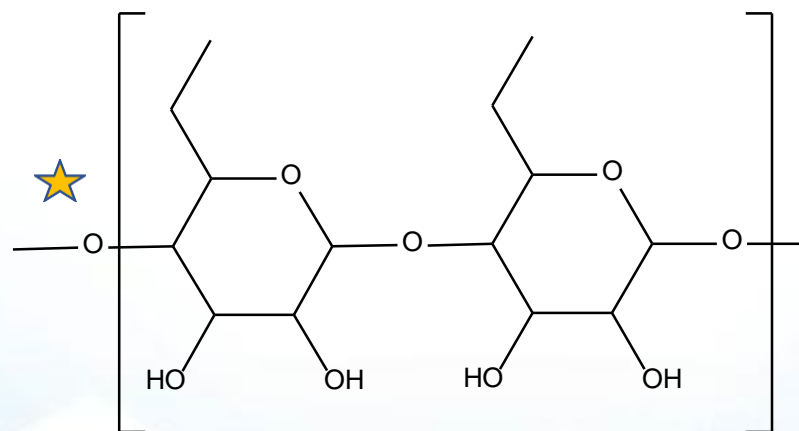
Estructuras de reactivos: Suspensión






Peróxido de Benzoilo



Glicerol



Celulosa

-  Medio dispersante
-  Iniciador
-  Medio continuo

Condiciones de reacción: Emulsión

- Temperatura: 85°C
- Agitación: 500rpm
- Surfactante: $\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$ (3.56%)
- Solvente: H_2O destilada
- Vol. de monómero: 2mL
- Iniciador: 2mL $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ (0.68%)
- Tiempo: 3h

Previo a la reacción se dispersó el ZnO en MeOH con sonicación por 30 min.

Obtención de emulsión y purificación del polímero

- Emulsión obtenida
- Desestabilización con NaCl
- Filtrado al vacío
- Evaporación
- Tolueno
- Metanol
- Polímero
- Polímero seco





Condiciones de reacción: Suspensión

- Temperatura: 85°C (estireno) ó 75° C (MMA)
- Agitación: 380rpm
- Medio continuo: H₂O destilada (estireno) ó Glicerol (MMA)
- Dispersante : PVA 5g/L (estireno) ó Celulosa (MMA)
- Vol. de monómero: 2mL
- Iniciador: Peróxido de Benzoílo C₁₄H₁₀O₄
- Tiempo: 3h (estireno) ó 1h (MMA)


RESULTADOS

Polimero	Met.	Monómero mL	C.M. mL	Dispersante	Iniciador	ZnO (%)	T °C	Agit. Rpm	Tiempo Horas
PS	Em.	2	H ₂ O	SDS 0.225g	K ₂ S ₂ O ₈ (0.68%) 2mL	0	85	500	3
PS	Em.	2	H ₂ O	SDS 0.225g	K ₂ S ₂ O ₈ (0.68%) 2mL	1	85	500	3
PS	Em.	2	H ₂ O	SDS 0.225g	K ₂ S ₂ O ₈ (0.68%) 2mL g	0.3	85	500	3
PS	Susp.	2	H ₂ O	PVA 0.075g	PBO 0.0181g	0	85	250	3
PS	Susp.	2	H ₂ O	PVA 0.075g	PBO 0.0181g	1	85	250	3
PS	Susp.	2	H ₂ O	PVA 0.075g	PBO 0.0181g	0.3	85	250	3
PMMA	Susp.	2	Gly 40	Cell. 0.15g	PBO 0.0181g	0	75	380	3
PMMA	Susp.	2	Gly 40	Cell. 0.15g	PBO 0.0181g	1	75	380	3
PMMA	Susp.	2	Gly 40	Cell. 0.15g	PBO 0.0181g	0.3	75	380	3
PS - PMMA 50 - 50 %	Susp.	(1.03/0.96)	Gly 40	Cell. 0.15g	PBO 0.0181g	0	75	380	3
PS - PMMA 50 - 50 %	Susp.	(1.03/0.96)	Gly 40	Cell. 0.15g	PBO 0.0181g	1	75	380	3
PS - PMMA 50 - 50 %	Susp.	(1.03/0.96)	Gly 40	Cell. 0.15g	PBO 0.0181g	0.3	75	380	3

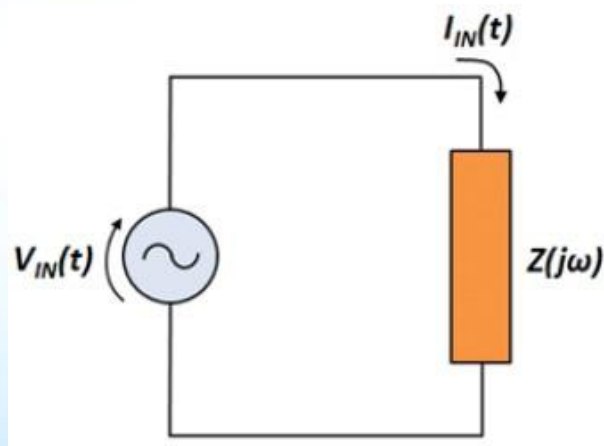
Tabla 1 PS = Poliestireno, PMMA = Polimetil metacrilato, SDS = Dodecil sulfato de sodio NaC₁₂H₂₅SO₄, PVA = Alcohol polivinílico (C₂H₄O) x, PBO = Peróxido de Benzoilo C₁₄H₁₀O₄, K₂S₂O₈ = Persulfato de potasio.

Resultados finales

Caracterización de películas de polímeros

Se elaboraron películas de polímeros así como de los copolímeros para realizar pruebas, utilizando 0.1 g / 2mL Tolueno, aplicando 5 microlitros por película en placas de vidrio conductoras.

Espectroscopía de impedancia eléctrica

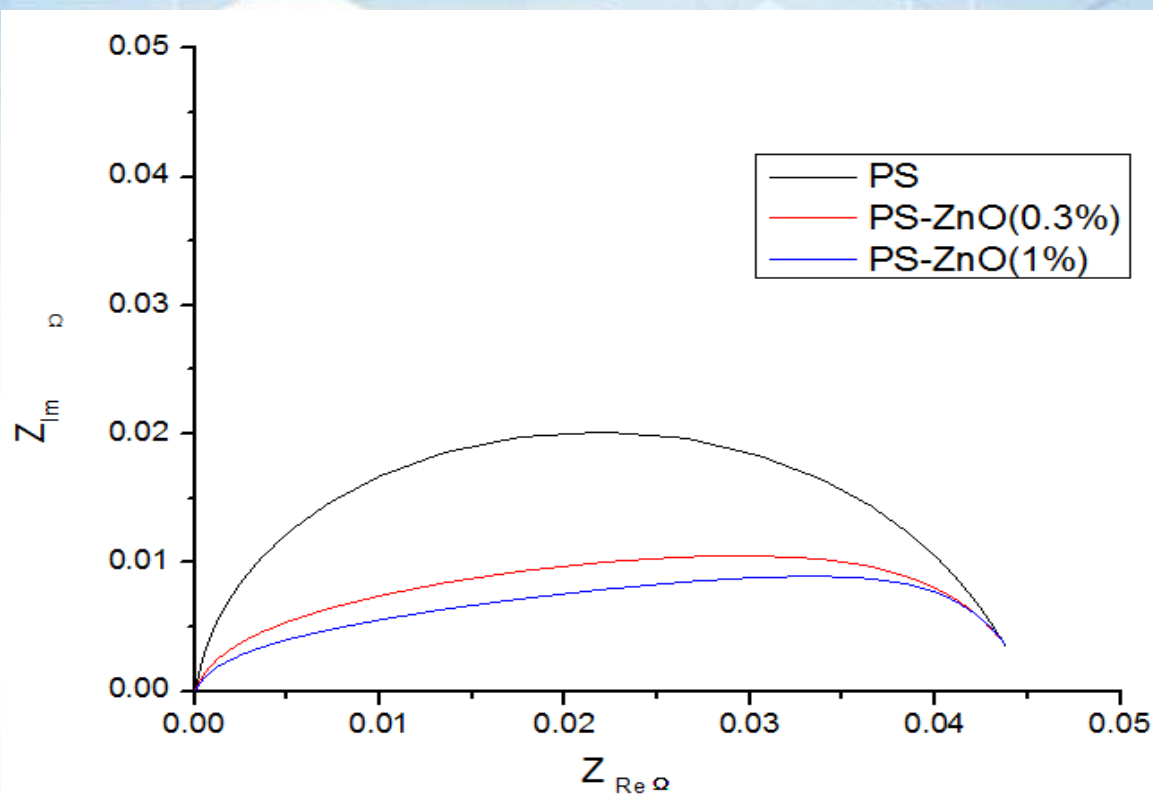


$$V_{in}(t) = V_{M,in} \cdot \sin(\omega t)$$

$$I_{in}(t) = I_{M,in} \cdot \sin(\omega t + \varphi)$$

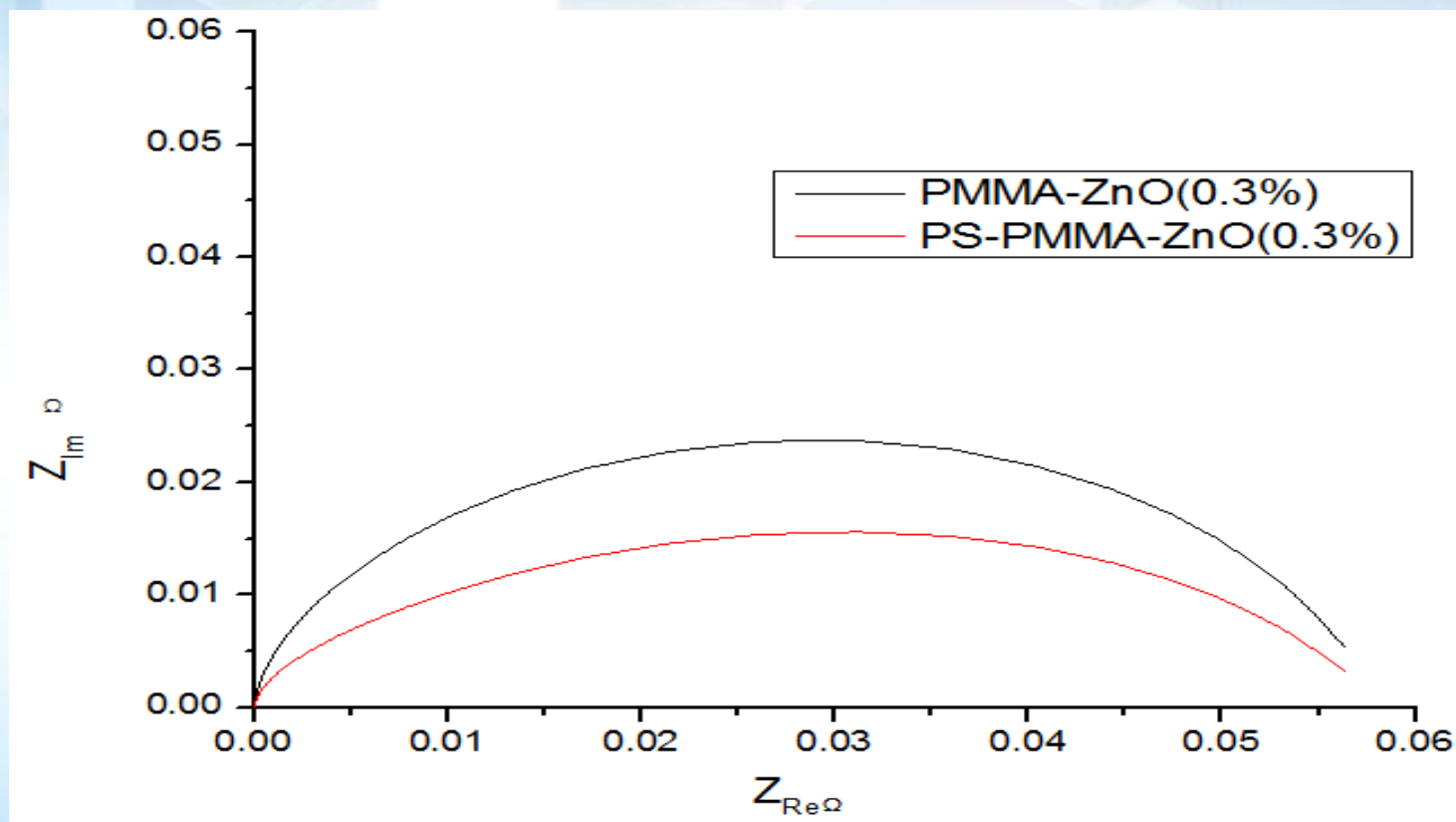
$$Z(j\omega) = \frac{V_{in}(j\omega)}{I_{in}(j\omega)} = \frac{V_{M,in}}{I_{M,in}} \cdot e^{-j\varphi}$$

La espectroscopia de impedancia es una técnica que nos permite medir indirectamente el carácter conductor y los materiales. La resistencia a la transferencia de carga está relacionada con el medidor de semicírculos que se obtiene del gráfico.



Gráfica 3 Espectro de impedancia eléctrica de poliestireno, poliestireno con incorporación de ZnO al 0.3% y poliestireno con incorporación de ZnO al 1% en KCl.

Podemos ver que la muestra no tiene ZnO, sino que tiene el mayor diámetro, por lo tanto, la mayor resistencia y con la mayor concentración de ZnO que disminuye la resistencia en un 1%, lo que indica que aumenta su conductividad, ya que son mediciones inversas.



Gráfica 4 Espectro de impedancia eléctrica de polimetilmetacrilato con incorporación de ZnO al 0.3% y copolímero poliestireno-polimetilmetacrilato con incorporación de ZnO al 0.3% en KCl.



Conclusiones generales

Los resultados obtenidos son concluyentes para afirmar que los procesos de polimerización se realizaron correctamente tanto en emulsión como en suspensión, la caracterización de los polímeros de PS y PMMA, así como el copolímero, dieron el resultado esperado, así como la caracterización de las nanopartículas de ZnO que confirman que el método sol-gel se realizó correctamente.

Los métodos experimentales utilizados dieron resultados favorables; sin embargo, debido a la falta de tiempo, aún están pendientes más pruebas de caracterización, como la microscopía SEM, la espectroscopía de RMN y la FT-IR por reflectancia difusa para analizar el nivel de dispersión de las partículas de ZnO en las redes poliméricas sintetizadas.

Como el ZnO es un material que adsorbe la luz UV, también podemos decir que la mayor concentración en la matriz del polímero favorecerá la protección de la radiación solar y su brillo.



GRACIAS POR SU ATENCIÓN



Bibliografía

- 1.- Timothy E. Long, James E. McGrath. 2008. Polymers, Synthesis. Encyclopedia of Physical Science and Technology, 3, 751–774.
2. - Chern, Chorng-Shyan. 2008. Principles and Applications of Emulsion Polymerization. Wiley VCH.
3. - R. Sandler, Stanley. 1998. Polymer synthesis and Characterization. 14-16.
- 4.- López Santamaría, C. Andrés. 2011. “Modelo de Estabilidad de Emulsiones Poliméricas”. Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ingeniería. Departamento de Ingeniería Química y Ambiental. Bogotá D.C., Colombia.
5. - I. Aranberri, B.P. Binks, J.H. Clint, P.D.I. Fletcher. 2006. “ELABORACION Y CARACTERIZACIÓN DE EMULSIONES ESTABILIZADAS POR POLIMEROS Y AGENTES TENSIOACTIVOS”. Revista Iberoamericana de Polímeros Vol. 7(3), Agosto de 2006. .
- 6.- . Harkins W. D.; *A general Theory of Mechanism of Emulsion Polymerization*. 69, **1947**.
- 7.- Smith W.; Ewart R. *Journal of Chem Phys*. 16, No 6 **1948**.
- 8.- Gardon L. *Jorunal of Polym Sci*. 6, 623-641, **(1968)**.



ECORFAN®

© ECORFAN-Mexico, S.C.

No part of this document covered by the Federal Copyright Law may be reproduced, transmitted or used in any form or medium, whether graphic, electronic or mechanical, including but not limited to the following: Citations in articles and comments Bibliographical, compilation of radio or electronic journalistic data. For the effects of articles 13, 162,163 fraction I, 164 fraction I, 168, 169,209 fraction III and other relative of the Federal Law of Copyright. Violations: Be forced to prosecute under Mexican copyright law. The use of general descriptive names, registered names, trademarks, in this publication do not imply, uniformly in the absence of a specific statement, that such names are exempt from the relevant protector in laws and regulations of Mexico and therefore free for General use of the international scientific community. BCONIMI is part of the media of ECORFAN-Mexico, S.C., E: 94-443.F: 008- (www.ecorfan.org/ booklets)