

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y AGROINDUSTRIA

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE MICROESFERAS POLIMÉRICAS

EFFECTO DE LA FRACCIÓN DE MONÓMERO SOBRE LA MORFOLOGÍA, TAMAÑO Y DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑOS DE MICROESFERAS DE POLIESTIRENO OBTENIDAS POR POLIMERIZACIÓN EN SUSPENSIÓN

**TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR PRESENTADO COMO
REQUISITO PARA LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO/A EN
QUÍMICA**

KARLA DE LOS ANGELES CISNEROS REYES

karla.cisneros@epn.edu.ec

DIRECTOR: FRANCISCO JAVIER QUIROZ CHÁVEZ

francisco.quiroz@epn.edu.ec

DMQ, agosto 2022

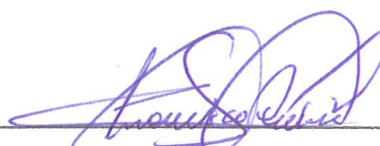
CERTIFICACIONES

Yo, Karla Cisneros declaro que el trabajo de integración curricular aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.



Karla Cisneros

Certifico que el presente trabajo de integración curricular fue desarrollado por Karla Cisneros, bajo mi supervisión.



Francisco Quiroz

DECLARACIÓN DE AUTORÍA

A través de la presente declaración, afirmamos que el trabajo de integración curricular aquí descrito, así como el (los) producto(s) resultante(s) del mismo, son públicos y estarán a disposición de la comunidad a través del repositorio institucional de la Escuela Politécnica Nacional; sin embargo, la titularidad de los derechos patrimoniales nos corresponde a los autores que hemos contribuido en el desarrollo del presente trabajo; observando para el efecto las disposiciones establecidas por el órgano competente en propiedad intelectual, la normativa interna y demás normas.

Karla Cisneros

Francisco Quiroz

José Iván Chango

DEDICATORIA

Dedicado a todas esas personas que hicieron posible que haya llegado tan lejos y que siempre me han apoyaron pese a todas las dificultades que tuve que atravesar se los agradezco de todo corazón por tenerme tanta paciencia y siempre brindarme su ayuda.

También quisiera dedicar ese trabajo para todas las personas que el día de hoy ya no están a mi lado, pero están cuidándome desde el cielo. Gracias por todo el apoyo que me brindaron hasta el último, lo único que lamento es que no voy a poder compartir este momento con ustedes.

AGRADECIMIENTO

Agradezco al Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros (CIAP) por permitirme hacer uso de sus instalaciones para la elaboración de este trabajo experimental.

Al Ing. Quiroz y Quím. Chango por brindarme su guía y apoyo durante este proceso.

A mis compañeros por el soporte brindado para la realización experimental.

A mi familia y amigos por estar cuidándome siempre.

ÍNDICE DE CONTENIDO

CERTIFICACIONES	I
DECLARACIÓN DE AUTORÍA	II
DEDICATORIA	III
AGRADECIMIENTO	IV
ÍNDICE DE CONTENIDO.....	V
RESUMEN.....	VII
ABSTRACT.....	VIII
1 DESCRIPCIÓN DEL COMPONENTE DESARROLLADO	1
1.1 Objetivo general.....	2
1.2 Objetivos específicos	2
1.3 Alcance	2
1.4 Marco teórico	3
1.4.1 Estireno	3
1.4.2 Poliestireno.....	3
1.4.2.1 Características	5
1.4.2.2 Aplicaciones.....	5
1.4.3 Polimerización	6
1.4.3.1 Polimerización por adición	7
1.4.3.1.1 Polimerización en masa.....	7
1.4.3.1.2 Polimerización en suspensión.....	8
1.4.3.1.2.1 Polimerización en suspensión a nivel industrial.....	8
1.4.3.1.3 Polimerización en emulsión.....	9
1.4.3.2 Polimerización por condensación	10
2 METODOLOGÍA.....	11
2.1 Desarrollo experimental general.....	11
2.1.1 Procedimiento experimental.....	12
2.1.1.1 Reactivos	12
2.2 Condiciones del sistema	14
2.3 Experimentación	19
2.3.1 Materiales.....	19
2.3.2 Fracción de monómero.....	20
2.3.3 Procedimiento	21

2.3.4	Rendimiento	23
2.3.5	Distribución granulométrica	24
2.3.6	Estereomicroscopio	24
3	RESULTADOS, CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	25
3.1	Resultados	25
3.2	Conclusiones	34
3.3	Recomendaciones	35
4	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	36
5	ANEXOS	39
	ANEXO I	40
	ANEXO II	42
	ANEXO III	44
	ANEXO IV	46
	ANEXO V	47

RESUMEN

La polimerización en suspensión es una técnica que emplea un sistema bifásico con una fase acuosa y una fase dispersa. La fase acuosa es la que contiene agua o cualquier medio insoluble en el monómero y un estabilizante para evitar la coalescencia del polímero durante su formación. En cambio, la fase dispersa es la que contiene el monómero y el iniciador.

En este tipo de sistemas existen distintas variables que afectan la calidad del producto final de manera general pueden dividirse en dos componentes las que están asociadas al proceso como: el sistema de agitación, el control de temperatura, etc. y, las generadas por las influencias de los componentes como tipos de iniciador y estabilizante, medio acuoso, tipo de monómero, concentración de monómero, etc. Pero una de las que más influye es la relación que existe entre la fase dispersa (monómero) y la fase continua (agua).

La relación entre la fase dispersa y la fase acuosa, de manera general, se ve alterada por al aumento o disminución el monómero en el agua ya que genera la coalescencia de las gotas de monómero en el agua no sea estable, pero si se adecua el sistema de agitación, temperatura y se controla mejor los procesos mecánicos este tipo de efectos se van a presentar con menos frecuencia obteniendo así un producto más homogéneo y un mejor rendimiento.

PALABRAS CLAVE: polimerización en suspensión, poliestireno, microesferas, relación monómero-agua.

ABSTRACT

Suspension polymerization is a technique that employs a two-phase system with an aqueous phase and a dispersed phase. The aqueous phase is the one containing water or any medium insoluble in the monomer and a stabilizer to avoid coalescence of the polymer during its formation. On the contrary, the dispersed phase is the one containing the monomer and the initiator.

In this type of systems there are different variables that affect the quality of the final product. In general, they can be divided into two components: those associated with the process such as: the agitation system, temperature control, etc. and those generated by the influences of the components such as types of initiators and stabilizer, aqueous medium, type of monomer, monomer concentration, etc. But one of the most influential is the relationship between the dispersed phase (monomer) and the continuous phase (water).

The relation between the dispersed phase and the aqueous phase, in general, is altered by the increase or decrease of the monomer in the water since it generates the coalescence of the monomer droplets in the water is not stable, but if the agitation system, temperature and mechanical processes are better controlled, this type of effects will occur less frequently, thus obtaining a more homogeneous product and a better performance.

KEYWORDS: suspension polymerization, polystyrene, microspheres, monomer-water ratio.

1 DESCRIPCIÓN DEL COMPONENTE DESARROLLADO

El poliestireno se lo obtiene por la polimerización de estireno mediante un mecanismo de reacción en cadena a través de la formación de radicales libres producidos, inicialmente, por la descomposición de ciertos agentes que se añaden al medio de reacción, denominados *iniciadores*, cuya descomposición por diferentes vías propicia los primeros radicales a partir de los cuales entra en crecimiento la cadena polimérica por transferencia del centro activo formado (Piaopiao y Zihui, 2019).

En el medio de reacción se mezcla el monómero en el que previamente se ha disuelto una pequeña cantidad de iniciador; y, se los dispersa mediante vigorosa agitación en un medio el cual casi invariablemente es el agua. Para garantizar que las partículas permanezcan dispersas es usual el empleo de estabilizantes que suelen evitar la coalescencia de las minúsculas gotitas de monómero-iniciador formadas (Chaudhary y Sharma, 2019).

En este tipo de sistemas existen distintas variables que afectan la calidad del producto final. De manera general, pueden dividirse en dos tipos: las que están asociadas al proceso tales como el sistema de agitación, el control de temperatura, etc; y, las variables asociadas a los componentes como los tipos de iniciador y estabilizante, el medio acuoso, el tipo de monómero, la concentración de monómero, etc. Una de las más influyentes es la relación que existe entre la fase dispersa (monómero) y la fase continua (agua), ya que, conjuntamente con la agitación, es determinante para evitar la aglomeración de las perlas de polímero puesto que si la proporción de monómero sea superior o inferior a la proporción del medio acuoso genera que la coalescencia de las gotas del monómero en el agua no se dé de forma adecuada en la suspensión. Este factor está asociado con el control de la distribución final del tamaño de partícula, ya que influye en los procesos termodinámicos que se dan entre las fases durante el proceso de polimerización haciendo que se vea afectada la consistencia y la forma del producto final (Minami, 2020).

En este componente se busca describir el efecto generado por la fracción de monómero en la cantidad y características de las microesferas obtenidas por polimerización en suspensión a nivel laboratorio. Además, se espera obtener perlas de poliestireno a distintas fracciones de monómero para su respectivo análisis del rendimiento, la morfología y la distribución de tamaños.

1.1 Objetivo general

Demostrar el efecto de la fracción de monómero en la cantidad y las características de las microesferas de poliestireno.

1.2 Objetivos específicos

1. Establecer una configuración a nivel laboratorio que permita la polimerización en suspensión del estireno.
2. Determinar las variaciones de las fracciones de monómero.
3. Caracterizar las muestras obtenidas

1.3 Alcance

Mediante un análisis de la revisión bibliográfica y la disponibilidad de los componentes se realizará una selección previa de los reactivos y materiales requeridos para llevar a cabo el proceso de polimerización. Se implementará el sistema de reacción permitiendo establecer las condiciones adecuadas para la obtención del producto requerido (perlas) y se seleccionaran los valores de la variable en estudio. Para ello se definirán las condiciones que permitan la polimerización del estireno, como la cantidad de: monómero, iniciador, agua, estabilizante, luego se fijarán las condiciones de operación (velocidad de agitación, tiempo de reacción, temperatura...).

Se realizará un estudio experimental para describir el efecto de la fracción de monómero en el rendimiento y las características de las microesferas obtenidas por polimerización en suspensión. Para ello se variará la relación monómero/fase dispersante en tres niveles. Los productos que se obtengan se caracterizarán por microscopía óptica (morfología) y análisis granulométrico (tamaño y distribución de tamaños de las microesferas).

Con esta información se evaluará el efecto de la relación monómero/fase dispersa que permita las mejores características del material obtenido, así como el mejor rendimiento de producto.

1.4 Marco teórico

1.4.1 Estireno

El estireno fue descubierto en 1839 por Eduard Simon, sin embargo, no se pudo sintetizar para su uso industrial hasta que las compañías Dow Chemical y Badische Anilin-und-Soda Fabrik A.G desarrollaron un proceso de fabricación mediante la deshidrogenación del etilbenceno. Gracias a esto el estireno fue utilizado como sustituto de muchos materiales resistentes, en especial en la Segunda Guerra Mundial. Actualmente es uno de los compuestos más empleados para la fabricación de materiales plásticos en la industria y la construcción (Han et al., 2020).

El estireno es un compuesto químico líquido, incoloro, transparente y de olor dulce; su fórmula es C_8H_8 y un peso molecular de 104 g/mol; al ser un compuesto aromático posee un grupo fenilo que le brinda estabilidad a la molécula. Debido a su toxicidad este compuesto químico necesita ser manejado con los implementos adecuados por seguridad como mascarillas para gases orgánicos y guantes para evitar el contacto con la piel, ya que es un compuesto que afecta al sistema nervioso central, además de que se considera cancerígeno (PubChem, 2022).

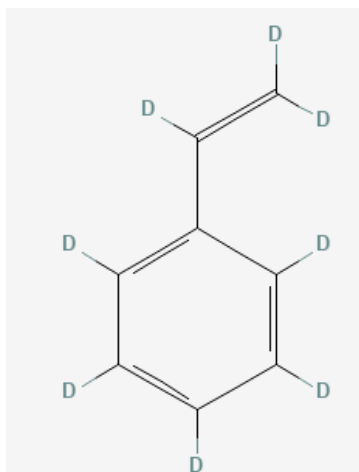


Figura 1.4.1 Estructura del estireno (PubChem, 2022)

1.4.2 Poliestireno

El poliestireno fue sintetizado por primera vez en 1920 por Hermann Staudinger, dando así origen a la teoría de la polimerización. Pese que al comienzo esta no fue aceptada por la comunidad científica, la situación cambió en los años siguientes porque el proceso no solo resultó efectivo, sino que abrió las puertas para que este producto puede emplearse en distintos campos como en la industria de los alimentos donde se los emplea como material

para el envasado, también en industria medica se lo encuentra en instrumentos y componentes de diagnóstico de un solo uso (Canalle et al.,2020).

El poliestireno es un plástico que se obtiene de la polimerización del estireno la cual puede darse por distintas alternativas, como se muestra en la figura 1.4.2, estos métodos emplean el mismo tipo de mecanismo de crecimiento de cadena por la adicción de monómeros con elevada reactividad, lo que difiere es el iniciador empleado por cada reacción. En general para la formación de la unidad monomérica para la polimerización va a darse por una especie catiónica o aniónica activa dependiendo del tipo de mecanismo empleado (Chaudhary y Sharma, 2019).

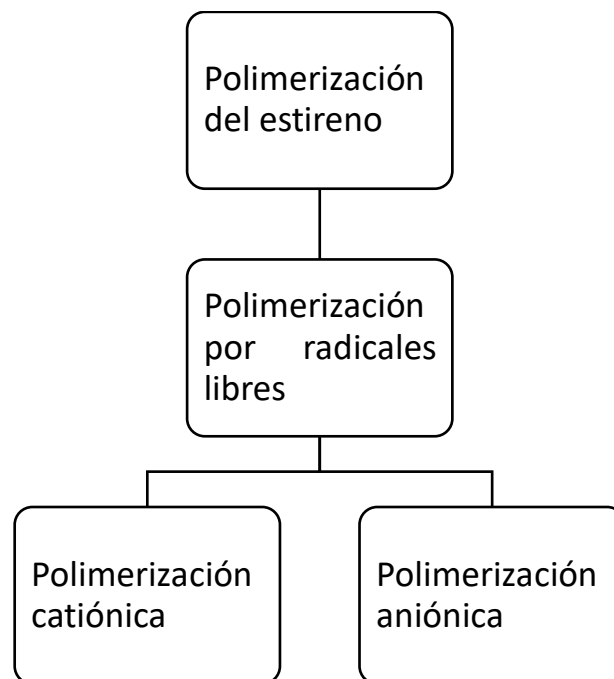


Figura 1.4.2 Mecanismos de polimerización del estireno (Chaudhary y Sharma, 2019).

El poliestireno puede clasificarse en cuatro tipos (Zhang et al., 2020; Ramli Sulong et al., 2019):

- Poliestireno cristal: como su nombre lo indica tiene una excelente transparencia además cuenta con propiedades mecánicas (alta rigidez) que lo hacen idóneo para aplicaciones dentro de la industria alimentaria (principalmente se lo emplea para envases o bandejas), juguetería, piezas de decoración, piezas de electrodomésticos, etc.

- Poliestireno de alto impacto (HIPS): es el más resistente de todas las clases de poliestireno, pero debido a la mejor de su resistencia al añadir polibutadieno durante la polimerización este se vuelve opaco y tenaz, debido a su resistencia se lo emplea para embalajes o envases de aislamiento ya que sus propiedades lo hacen adecuado para este tipo de aplicaciones.
- Poliestireno expandible (EPS): es un plástico espumoso, para lograr que el poliestireno tenga esa textura en su fabricación, generalmente, se emplea pentano como agente de expansión ya que su alta volatilidad determina que al exponerlo a una fuente de calor se expanda consiguiendo distintas densidades según sea la aplicación requerida. Una vez que está expandido el poliestireno, cada pieza puede llegar a tener entre el 90-95% de aire y tan solo el 5-10% de poliestireno. Cuando el EPS se somete proceso de conformación durante su fabricación se denomina poliestireno extruido (XPS), este tipo de poliestireno se lo usa principalmente como una espuma aislante ya que no puede mojarse por lo que es muy difícil que sus propiedades se vean afectadas por el agua.

1.4.2.1 Características

El poliestireno es un termoplástico, rígido, quebradizo y con poca resistencia a disolventes entre ellos los hidrocarburos. Su resistencia a la temperatura relativamente baja, tiene buena resistencia química a ácidos y bases diluidos. De manera general este plástico tiene varias limitaciones, por ejemplo, si es expuesto a condiciones ambientales como rayos UV este se vuelve bastante quebradizo, aún así este polímero es uno de los plásticos más comerciales (Sendra et al., 2019).

1.4.2.2 Aplicaciones

El poliestireno es uno de los plásticos de mayor uso a nivel mundial por lo que tiene diversas aplicaciones debido a su gran demanda que aproximadamente representa el 10% del consumo total de plásticos en el mundo. Entre los principales campos en los que se encuentra (Canalle et al., 2020):

- La industria alimenticia utiliza para envases o recipientes que contienen principalmente productos de origen animal.
- La industria de la salud, por sus propiedades es adecuado para productos como recipientes de muestra, dosificadores, entre otro tipo de artefactos.

- La construcción debido a su resistencia hace que sea adecuada para generar zonas con aislamiento térmico y acústico además de otro tipo de productos como tuberías y soportes.

De manera general se puede decir que el poliestireno está presente dentro de gran parte de los productos de uso diario como en los juguetes, productos de papelería, productos de limpieza entre muchas cosas más (Canalle et al.,2020).

1.4.3 Polimerización

Se define como un proceso químico donde el reactivo, que es uno o varios monómeros, se agrupa para dar como producto una molécula de un alto peso molecular, pues al unirse químicamente entre sí, las nuevas cadenas generadas hacen que el nuevo material obtenido adquiera un gran valor y rendimiento. Los polímeros siempre han formado parte del mundo incluso desde sus inicios, en la naturaleza son componentes fundamentales de los seres vivos como los polisacáridos y polipéptidos. I (Shrivastava, 2018).

La polimerización al ser un proceso químico como se muestra en la figura 1.4.3, puede darse por distintos mecanismos entre ellas se encuentra la polimerización por adición, condensación, en cadena y por etapas. Estos mecanismos no sólo constituyen diferentes métodos de obtención de polímeros, sino que también brindan diferencias estructurales y de composición entre polímeros, además, influyen otros aspectos importantes como el peso molecular y el porcentaje de conversión (Shrivastava, 2018).



Figura 1.4.3 Proceso general de polimerización (Shrivastava, 2018).

1.4.3.1 Polimerización por adición

La polimerización por mecanismo de adición es uno de los procesos más utilizados en la industria de los plásticos para la obtención de polímeros, este método consiste en convertir una molécula de monómero en un segmento de polímero los cual se hace mediante tres etapas como se muestra en la figura 1.4.3.1 (Narayan, 2018):

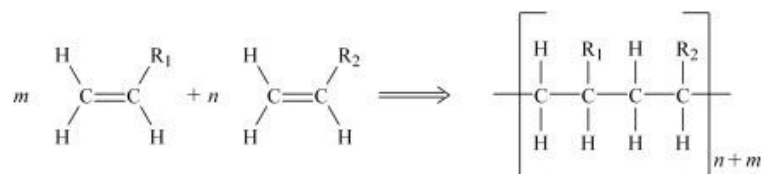


Figura 1.4.3.1 Polimerización por adición (Narayan, 2018)

- Primera etapa o etapa de iniciación el monómero rompe su estructura con ayuda de un catalizador, esto genera radicales libres que se unen para formar una estructura o crecimiento de la cadena al ser esto de manera espontánea por lo que empieza la segunda etapa.
- Etapa de propagación en esta se libera calor por lo que durante esta etapa es necesario un sistema de enfriamiento en el reactor.
- Tercera etapa o etapa de terminación, al estar formada la cadena por radicales se genera una unión entre los dos extremos de la cadena finalizando así el proceso de mecanismo de reacción y se obtiene como productos el polímero del monómero empleado y el iniciador.

Este tipo de polimerización puede emplearse en diversas técnicas entre ellas se puede mencionar la polimerización en masa, suspensión, emulsión, etc.

1.4.3.1.1 Polimerización en masa

La polimerización en masa es una técnica de polimerización por adición que es sumamente empleada en la industrial de producción de polímeros y esto se debe a que es amigable con el medio ambiente ya que no solo se obtiene un polímero con gran pureza y calidad, sino que además no necesita ningún otro medio, es decir solo se utiliza el monómero con el iniciador. Al no requerir ningún tipo de disolvente los polímeros obtenidos por esta técnica tienen una viscosidad alta, por lo que se emplea principalmente para la formación de resinas o de polímeros de crecimiento por etapas (Hasanah et al., 2020).

Esta técnica no solo permite obtener una alta conversión del monómero, además es una técnica económica y ecológica ya que no emplea medios o disolventes durante la polimerización. Aunque parezca que esta técnica es una de las mejores opciones para

procesos industriales presenta ciertas desventajas respecto a otras técnicas entre ellas destaca el control de temperatura y el control del tiempo de reacción. La falta de control de estos factores dificulta el empleo de esta técnica para diversos tipos de polímeros (Vyas et al., 2020).

1.4.3.1.2 Polimerización en suspensión

La polimerización en suspensión como se muestra en la figura 1.4.3.1.2 es una técnica que emplea un sistema bifásico con una: fase acuosa y fase dispersa. La fase acuosa se encuentra un medio en el cual el monómero es insoluble que en la mayoría de las veces es agua y un estabilizante para evitar la coalescencia del polímero durante su formación. Además, esta fase brinda estabilidad al sistema ya que hace que el control de la temperatura sea más fácil y al emplearse un solvente no reactivo en el monómero facilita la separación del polímero una vez finalizada la reacción. En cambio, la fase dispersa es la que contiene el monómero y el iniciador (Jayaweera y Nayayana, 2021).

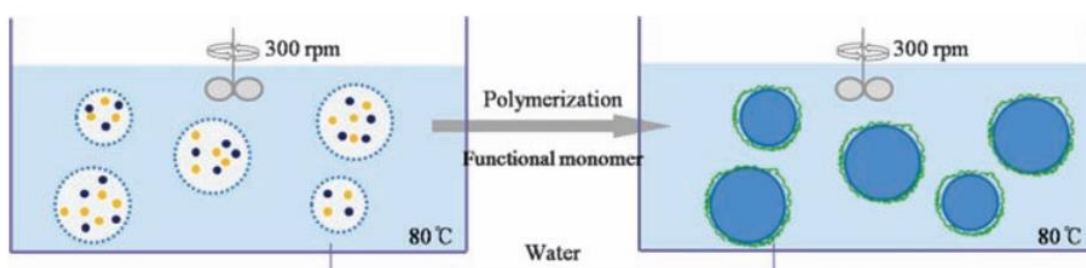


Figura 1.4.3.1.2 Polimerización en suspensión (Yim et al., 2014)

Al estar compuesto el sistema por dos fases presenta ciertas ventajas respecto a otras técnicas de polimerización por adición, por ejemplo, el calor de reacción que se libera por la polimerización es absorbido por la fase acuosa del sistema lo que ayuda a controlar fácilmente la temperatura y a su vez de esta forma disminuye la velocidad de reacción por lo que se puede evitar reacciones violentas y espontáneas (Guan et al., 2019).

Además, otro de los factores en esta técnica es la agitación del sistema ya que según la velocidad que se emplea hace que las partículas en suspensión varían de tamaño, aunque también depende del agente estabilizante adicionado en la fase acuosa ya que evita que las perlas formadas pierdan su forma (Guan et al., 2019).

1.4.3.1.2.1 Polimerización en suspensión a nivel industrial

La polimerización en suspensión es uno de los principales métodos para la elaboración de polímeros a nivel industrial, esto se debe porque durante su procesamiento es fácil incluir dentro del suministro principal diluyente reciclado lo que vuelve el proceso más eficiente y

con un porcentaje de pérdidas mínimo. El proceso inicia cuando al reactor se le añade una cantidad controlada de monómero y el iniciador junto con un gas como el hidrógeno para crear una atmósfera adecuada, la suspensión que se encuentra en el reactor hay una mezcla agua y un compuesto estabilizante que ayuda a evitar la coalescencia (Huang et al., 2018).

Una vez comenzada la reacción siempre va a existir una parte de monómero que no reacciona o que no se haya consumido completamente por lo que se recupera para enviar a un proceso de destilado para que pueda ser empleado nuevamente en otro proceso de polimerización (Huang et al., 2018).

La relación entre la solución de suspensión y la concentración de polímero es uno de los parámetros más importantes para este tipo de polimerización, puesto que determina la producción y a su vez afecta en el proceso de transferencia de calor durante el proceso de polimerización. En general la proporción del monómero en el sistema puede variar entre un 15 – 45% pero por lo general en estos casos suele estar entre 30% en peso (Huang et al., 2018).

Culminado el proceso de polimerización, el polímero formado pasa por un proceso de filtrado mediante centrifugación donde se elimina gran parte del disolvente de la fase acuosa que posteriormente se recicla y se seca mediante un secador de lecho fluidizado con un flujo de nitrógeno (Huang et al., 2018).

1.4.3.1.3 Polimerización en emulsión

La polimerización en emulsión es una técnica que al igual que la polimerización en suspensión emplea dos fases durante el proceso de reacción, pero en esta se emplea un iniciador soluble en el medio acuoso lo que genera que las micelas de polímero sean parcialmente solubles en la fase acuosa, esto provoca que el producto final obtenido tenga un tamaño de partícula menor que en otras aplicaciones (Lovell y Schork, 2020).

El sistema en esta técnica presenta una alta tasa de conversión del monómero, sino que además existe un mayor control respecto a la temperatura y la velocidad de reacción, también el producto obtenido suele ser de alto peso molecular. Pese a que esta técnica presenta un polímero de alta calidad, es necesario que después del proceso de polimerización se purifique el producto, pero este proceso muchas de las veces son difíciles por lo que se consumen muchos recursos haciendo que esta técnica sea poco económica y ecológica (Lovell y Schork, 2020).

1.4.3.2 Polimerización por condensación

La polimerización por condensación también llamada policondensación es un proceso de polimerización en el que no es necesario la presencia de un doble enlace, esto se debe a que la reacción se produce en los dos grupo activos del monómero formando así un dímero dando lugar a un tercer grupo activo haciendo que de esta manera la cadena se genere ya que se unen los dímeros formando trímeros o tetrámeros, debido a eso el crecimiento molecular de la cadena es neto por lo que este tipo de polimerización no llega a tener grandes porcentajes de conversión por lo que muchas veces se llega a producir productos de bajo peso molecular. Además, este tipo de polimerización da como productos no solo el polímero, sino que además libera una molécula pequeña como lo es el agua (Chen et al., 2019).

2 METODOLOGÍA

Para definir el efecto de la fracción de monómero sobre la morfología, tamaño y distribución de las microesferas de poliestireno, se desarrolló un trabajo experimental de acuerdo con la revisión bibliográfica correspondiente para una polimerización en suspensión y los procesos de caracterización de poliestireno.

Además, para la caracterización adecuada del producto resultante se realizaron análisis como: distribución granulométrica y se observó la morfología mediante microscopía óptica. El enfoque que se brinda en esta investigación es cuantitativo, ya que se busca determinar cómo afecta la variable de estudio sobre la calidad de las microesferas de poliestireno.

2.1 Desarrollo experimental general

El proceso general de la experimentación se muestra en la figura 2.1, es un diagrama el cual cuenta con cuatro fases:

- La primera fase consiste en establecer la configuración del sistema de reacción, para esta sección se tomó una configuración y formulación de bibliografía, después se realizó una serie de pruebas y modificaciones a las mismas con el fin de establecer condiciones finales del sistema
- En la segunda fase denominada polimerización se realizó el cálculo de la modificación de la variable de estudio para la formulación y procedió con la parte experimental para la obtención del producto según las modificaciones de la formulación.
- Después el producto obtenido pasa a la siguiente etapa donde se procede con un ciclo de lavado y secado para todo lo que se obtuvo de la etapa anterior de polimerización
- La última etapa se caracteriza el producto mediante el rendimiento de la reacción, distribución del tamaño de partícula y la morfología mediante microscopía óptica.

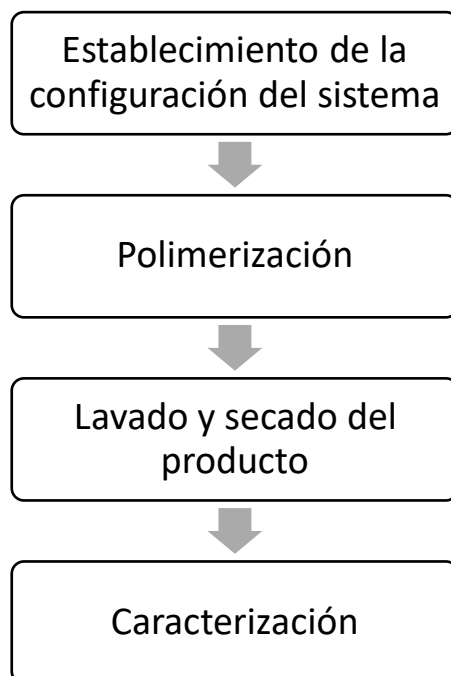


Figura 2.1 Diagrama general de la experimentación

2.1.1 Procedimiento experimental

2.1.1.1 Reactivos

Los reactivos empleados para la polimerización en suspensión con sus principales características se muestran en la tabla 2.1.

Tabla 2.1 Características de los reactivos

Reactivo	Estireno	Acetato de polivinilo (PVA)	Azobisisobutironitrilo (AZDN)	Agua
Estado físico	Líquido	Sólido	Sólido	Líquido
Color	Incoloro	Blanco	Blanco	Incoloro
Peso molecular	104.15 g/mol	$86.09 \times n$ g/mol n=grado de polimerización	164.21 g/mol	18 g/mol

Para el desarrollo de la polimerización, primero se armó el sistema de reacción como se muestra en la figura 2.2 :

Un reactor o balón de vidrio de tres bocas que está sumergido en un baño térmico, además, al balón se encuentra conectado: un agitador de vidrio, refrigerante y un embudo. También para tener un control sobre la temperatura será necesario un termómetro.

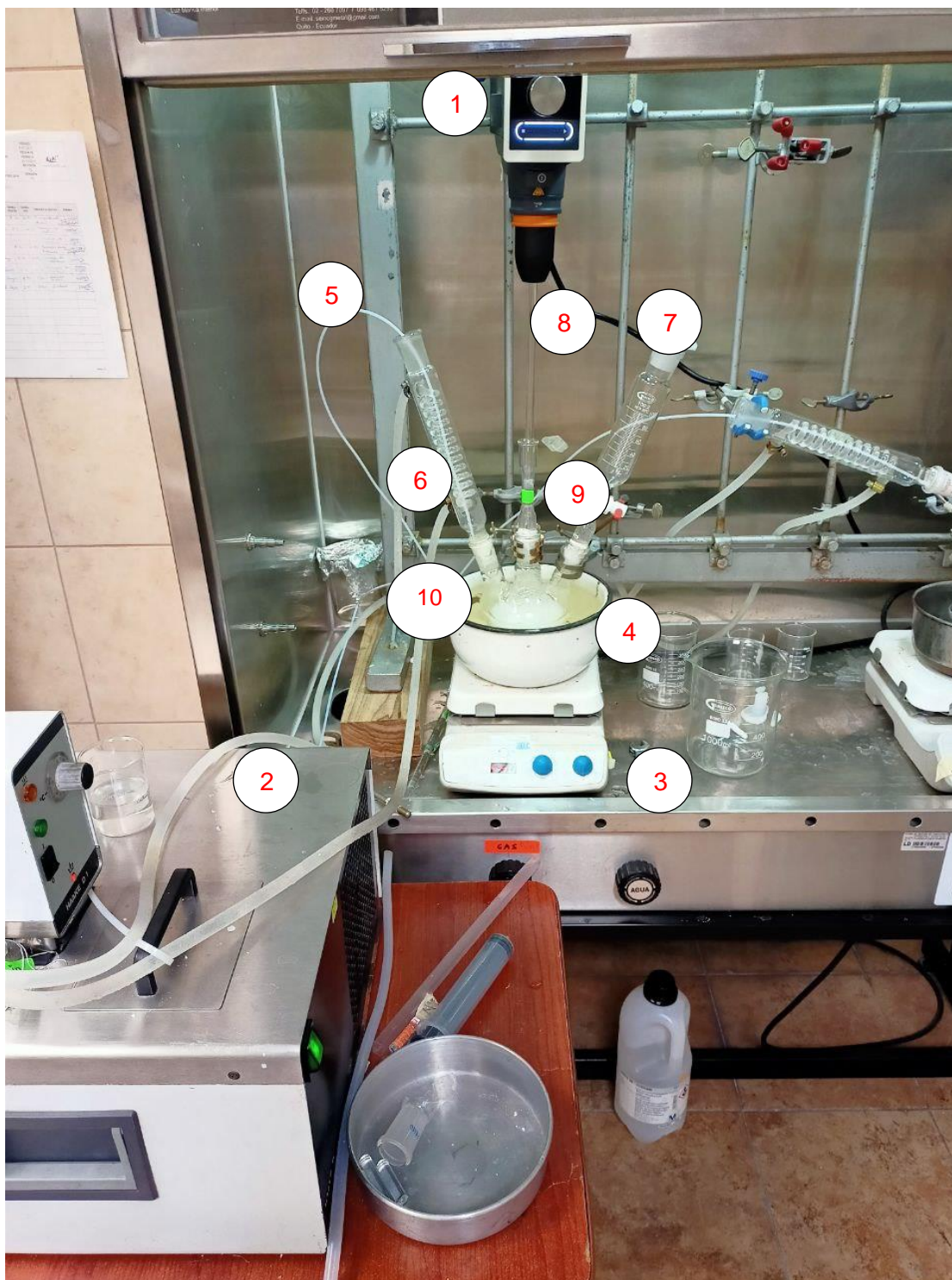


Figura 2.2 Sistema de polimerización

En la tabla 2.2 se enumera los equipos e insumos empleados para armar el sistema de polimerización.

Tabla 2.2 Equipos e instrumentos

Equipo e instrumentos	
1	Agitador mecánico
2	Sistema de enfriamiento
3	Plancha de calefacción
4	Recipiente para baño de agua
5	Manguera de nitrógeno
6	Refrigerante
7	Embudo
8	Agitador de vidrio con paleta de teflón
9	Cierre de agitación KPG
10	Reactor

2.2 Condiciones del sistema

Para poder encontrar las condiciones adecuadas del sistema se realizó varias pruebas previas, en la tabla 2.3 se presentan las principales condiciones empleadas durante la polimerización y el resultado obtenido de las mismas. Como se puede observar hasta la prueba número ocho no existió la formación adecuada de un producto, cabe aclarar que en estas pruebas el monómero empleado fue previamente lavado con una solución de hidróxido de sodio al 10% esto se lo hace con el fin de retirar el inhibidor presente en el estireno. Pero esto generaba que la reacción durante la polimerización se dé de manera violenta por lo que no se formaban las gotas de monómero.




Por ello, en la prueba nueve para evitar la polimerización violenta se utilizó el monómero sin lavarse, esto ayudó a que la cinética de la polimerización se dé forma adecuada obteniendo así las primeras perlas de poliestireno. Una vez que se obtuvo un producto aceptable en las siguientes experimentaciones se variaron las condiciones del sistema como la agitación para obtener un tamaño de partícula menor y más homogéneo, la concentración del iniciador y el estabilizante hasta obtener una formulación y configuración de sistema adecuada para la experimentación.

En la tabla 2.3 se muestran las formulaciones empleadas para obtener la base para la experimentación con la configuración adecuada, considerando que el producto obtenido tenga forma esférica y una dispersión mínima de tamaño como fue el caso de la última prueba que se consideró como la base para el resto de la experimentación.

Tabla 2.3. Configuración y condiciones del sistema

Prueba	Formulación (g)	Configuración	Cambios	Resultado
1	Estireno: 66.67 PVA: 0.67 Agua: 800 Iniciador: 0.67	Tipo de reactor: Cilíndrico Velocidad del agitador: 270 rpm Tiempo de reacción: 2h42		Formación de una sola masa de poliestireno 
2	Estireno: 61.41 PVA: 0.61 Agua: 736.93 Iniciador: 0.61	Tipo de reactor: Cilíndrico Velocidad del agitador: 257 rpm	Tiempo de reacción: 3h00	Polvo fino 
3	Estireno: 115.92 PVA: 1.6 Agua: 678.88 Iniciador: 3.36	Tipo de reactor: Cilíndrico	Velocidad del agitador: 255 rpm Tiempo de reacción: 2h45	Masa de polímero pegajosa 
4	Estireno: 61.41 PVA: 0.61 Agua: 737.49 Iniciador: 0.06	Tipo de reactor: Cilíndrico	Velocidad del agitador: 100 rpm y 200 rpm Tiempo de reacción: 3h00	Líquido viscoso 

5	<p>Estireno: 61.41</p> <p>PVA: 0.61</p> <p>Agua: 736.93</p> <p>Iniciador: 0.61</p>	<p>Tipo de reactor: Cilíndrico</p> <p>Tiempo de reacción: 3h00</p>	<p>Velocidad del agitador: 200, 150 y 100 rpm</p>	<p>Una sola masa de polímero en forma de disco</p> 
6	<p>Estireno: 61.41</p> <p>PVA: 0.61</p> <p>Agua: 737.17</p> <p>Iniciador: 0.06</p>	<p>Tipo de reactor: Cilíndrico</p> <p>Tiempo de reacción: 3h00</p>	<p>Velocidad del agitador: 250, 200 y 150 rpm</p>	<p>Una sola esfera de polímero</p> 
7	<p>Estireno: 72.45</p> <p>PVA: 1.00</p> <p>Agua: 424.40</p> <p>Iniciador: 2.10</p>	<p>Tipo de reactor: Cilíndrico</p>	<p>Velocidad del agitador: 175 rpm</p> <p>Tiempo de reacción: 2h30</p>	<p>Masa de polímero</p> 
8	<p>Estireno: 36.225</p> <p>PVA: 0.50</p> <p>Agua: 212.20</p> <p>Iniciador: 1.05</p>		<p>Tipo de reactor: Balón de tres bocas</p> <p>Velocidad del agitador: 150 y 200 rpm</p> <p>Tiempo de</p>	<p>Masa de polímero</p> 

			reacción: 3h00	
9	Estireno: 36.23 PVA: 0.50 Agua: 212.20 Iniciador: 1.05	Tipo de reactor: Balón de tres bocas Tiempo de reacción: 3h00	Velocidad del agitador: 250 rpm	Esferas de poliestireno con diversos tamaños 
10	Estireno: 36.23 PVA: 0.50 Agua: 212.13 Iniciador: 0.53	Tipo de reactor: Balón de tres bocas Velocidad del agitador: 250 rpm Tiempo de reacción: 3h00		Esferas pegajosas de poliestireno 
11	Estireno: 36.23 PVA: 0.5 Agua: 212.20 Iniciador: 1.05	Tipo de reactor: Balón de tres bocas Velocidad del agitador: 250 rpm	Tiempo de reacción: 3h30	Esferas de poliestireno con una amplia dispersión de tamaño 
12	Estireno: 36.23 PVA: 0.50 Agua: 212.20 Iniciador: 1.05	Tipo de reactor: Balón de tres bocas Velocidad del agitador: 250 rpm		Una masa pegajosa

		Tiempo de reacción: 3h30		
13	Estireno: 36.23 PVA: 0.50 Agua: 212.20 Iniciador: 1.05	Tipo de reactor: Balón de tres bocas Velocidad del agitador: 300 rpm Tiempo de reacción: 3h30		Esferas de poliestireno con una amplia dispersión de tamaño 
14	Estireno: 36.23 PVA: 1.00 Agua: 212.75 Iniciador: 0.53	Tipo de reactor: Balón de tres bocas Velocidad del agitador: 300 rpm Tiempo de reacción: 3h30		Esferas de poliestireno con una amplia dispersión de tamaño 
15	Estireno: 36.23 PVA: 1.00 Agua: 212.75 Iniciador: 0.50	Tipo de reactor: Balón de tres bocas Velocidad del agitador: 300 rpm Tiempo de reacción: 3h30		Esferas de poliestireno con una amplia dispersión de tamaño 
16	Estireno: 36.23 PVA: 1.00 Agua: 212.75	Tipo de reactor: Balón de tres bocas		Esferas de poliestireno con una amplia dispersión de tamaño

	Iniciador: 0.25	Velocidad del agitador: 300 rpm Tiempo de reacción: 3h30		
17	Estireno: 36.23 PVA: 1.00 Agua: 212.53 Iniciador: 0.53	Tipo de reactor: Balón de tres bocas Velocidad del agitador: 300 rpm Tiempo de reacción: 3h30		Esferas de poliestireno con un tamaño regular 

Como se observó de las pruebas previas se obtiene un producto con mayor uniformidad cuando el tiempo de polimerización y la velocidad del agitador son mayores. Considerando eso en la tabla 2.4 se menciona las condiciones del sistema para la polimerización que se van a mantener constantes en todos los casos.

Tabla 2.4 Condiciones del sistema

Condición	
Tiempo	3h30min
rpm	300

2.3 Experimentación

2.3.1 Materiales

En la tabla 2.5, se muestran las cantidades de los reactivos empleados para la polimerización de la prueba base, la formulación empleada es la dosificación de reactivos modificada durante las pruebas previas.

Tabla 2.5 Cantidad de los reactivos para la base

Reactivo	Cantidad (g)
Estireno	36.225
Iniciador (AZDN)	0.526
Agua	212.25
PVA	1

2.3.2 Fracción de monómero

Para determinar la fracción de monómero se consideró que el peso de monómero en agua sugerido para sistemas de polimerización en suspensión varía entre el 15 al 45 % p/p (Huang et al., 2018; Moratille et al., 2022)

$$fr = \frac{M}{A} \quad [2.1]$$

Donde:

fr= Fracción de monómero

M= Monómero

A= Agua

Debido a que el enfoque de este estudio es variar la fracción de monómero de estireno en la fase acuosa, en la tabla 2.6 se muestra las distintas cantidades de estireno empleadas con las que se replicó la experimentación.

Tabla 2.6 Experimentaciones

Experimentación	Fracción de monómero	Formulación [%]	
		Componente	Porcentaje
Base	0.17	Estireno	14,50
		Iniciador	0,15
		Agua	84,95
		PVA	0,40
1	0.13	Estireno	11,35
		Iniciador	0,16
		Agua	88,08
		PVA	0,41
2	0.15	Estireno	12,89

		Iniciador	0,15
		Agua	86,55
		PVA	0,41
3	0.19	Estireno	15,82
		Iniciador	0,15
		Agua	83,64
		PVA	0,39

2.3.3 Procedimiento

Una vez que el sistema está armado como se muestra en la figura 2.3.

- 1.- Poner a calentar el agua del baño.
- 2.- Luego pesar el PVA y el agua. De preferencia el agua que se va a emplear tiene que estar caliente porque se facilita la disolución del estabilizante.
- 3.- Mezclar en un vaso de precipitación y mantener con agitación en una plancha de calentamiento.



Figura 2.3. Preparación del sistema

- 4.- Encender el sistema de agitación y el de enfriamiento, agregar el agua con el PVA en el reactor y esperar que la temperatura sea mayor a 85°C.
- 5.- Pesar el monómero y el iniciador según la tabla 2.6.
- 6.- Después agregar el monómero junto con el iniciador en un embudo y mezclar hasta que el iniciador se disuelva por completo.
- 7.- Poner el embudo en una de las bocas del reactor y abrir la llave de paso a 45° para que se agregue lentamente el monómero al sistema durante un minuto aproximadamente.
- 8.- Mantener el sistema con agitación a 300 rpm por tres horas y media.
- 9.-Luego de que se culmine el tiempo extraer el balón de tres bocas y enfriar con paños de agua fría por 30 min como se muestra en la figura 2.4.
- 10.- Filtrar el contenido y realizar tres enjuagues con agua destilada como se muestra en la figura 2.5.



Figura 2.4 Extracción y enfriamiento del reactor

- 11.- Luego se seca la muestra a 80°C en una estufa por cuatro horas y pesar el producto obtenido, esta parte del proceso se muestra en la figura 2.6.



Figura 2.5 Poliestireno lavado



Figura 2.6 Poliestireno secoCaracterización

2.3.4 Rendimiento

El rendimiento de la reacción va a estar definido según la ecuación [2.2]:

$$\%Re = \frac{P_s}{M_e} * 100\% \quad [2.2]$$

Donde:

Re= Porcentaje de rendimiento

Ps= Producto obtenido seco

Me= Monómero empleado

2.3.5 Distribución granulométrica

Para determinar la variación en la distribución de tamaño se empleó una serie de 10 tamices como se muestra en la figura 2.7 con las siguientes mallas: 4, 10,14,18, 20, 30, 40, 50 y 60.

Antes de proceder con el proceso de tamizaje se pesa cada tamiz, después agregar la muestra y se sacude los tamices por cuatro minutos. Terminado el proceso de tamizaje a cada malla se la vuelve a pesar, para verificar el contenido retenido por estas.



Figura 2.7 Tamices

2.3.6 Estereomicroscopio

Para observar la morfología obtenida se empleo la técnica de microscopía a través del estereomicroscopio, se tomó fotografías de las mallas: 10,18 y 30 donde se observo que había una mayor cantidad de producto retenido.

3 RESULTADOS, CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

3.1 Resultados

Las fracciones de monómero fueran calculadas según la ecuación 2.1 esta ecuación se estableció según lo mencionado por Huang et. al (2018), el peso de monómero en agua sugerido para sistemas de polimerización en suspensión varía entre el 15 al 45% p/p sin embargo se indica que entre mayor sea la cantidad de monómero presente se debe tener cuidado con las condiciones del sistema y las posibles variantes en las propiedades físicas de las fases debido a que afectan directamente con el rendimiento y calidad del producto resultante.

Considerando lo antes mencionado se establecieron los rangos de fracciones para la experimentación tomando en cuenta que la base tiene un valor 0.17 se tomó un valor superior 0.19 y uno inferior 0.15. Pese a que se puede emplear concentraciones más elevadas de estireno en la polimerización no es recomendable esto principalmente se debe a las condiciones a las que está adecuado el sistema, entre ellas se puede destacar la poca falta de control de la temperatura y una velocidad de agitación baja siendo lo usual velocidades por encima de las 1000 a 2000 rpm (Jezorek et. al, 2017).

Además, se utilizó una fracción con menos concentración de monómero siendo esta 0.13, porque de acuerdo con lo señalado por Moratille et al., (2022) se puede obtener mejores resultados en una polimerización en suspensión cuando el monómero ocupa el 10 al 20% del peso total en la formulación en especial para sistemas con bajas velocidades de agitación. En la tabla 3.1 muestra que los porcentajes de la formulación según las fracciones de monómero utilizadas, estas varían desde 11-16% p/p por lo que están dentro del parámetro antes mencionado

Tabla 3.1. Porcentajes de monómero

Contenido de estireno en el agua [%]	Contenido de estireno total[%]
17%	14.50
13%	11.35
15%	12.89
19%	15.82

El rendimiento obtenido en las experimentaciones se muestra en la tabla 3.2 y su cálculo se realizó empleando la fórmula 2.2, como se puede observar en las pruebas 0 y 3 con las fracciones de 0.17 y 0.19 respectivamente lograron mejores resultados en comparación con las otras experimentaciones más bajas. Pero si se observa las figuras 3.1 y 3.2 a simple vista el producto obtenido no es uniforme, sino más bien presenta una variación de tamaños y formas, por ejemplo, en el caso de la fracción a 0.19 el producto obtenido tiene formas cilíndricas.

Tabla 3.2 Rendimiento del poliestireno

Fracción de monómero	Rendimiento [%]
0.17	92.27
0.13	85.78
0.15	85.19
0.19	92.89

En la figura 3.1, se muestra el producto obtenido de la fracción de estireno a 0.17 que se consideró como base para la experimentación, como puede verse el producto obtenido es relativamente uniforme en cuanto al tamaño y se aprecia que en su mayoría conserva una forma esférica.



Figura 3.1 Poliestireno a 0.17

Se observa en la figura 3.2 el producto obtenido de la fracción de estireno a 0.19, el cual obtuvo el mejor rendimiento en comparación con las otras experimentaciones. Se muestra

que el producto obtenido no tiene uniformidad en cuanto a la distribución final del tamaño de partícula además las formas obtenidas no son las esperadas por el método de polimerización aplicado. Por lo tanto, la dispersión de las gotas en la fase acuosa no fue adecuada esto puede darse principalmente por la calidad de la agitación ya que no se dio una ruptura adecuada entre las fases por lo que no se formó la gota (Xie et al, 2018).



Figura 3.2 Poliestireno a 0.19

En cambio, en las fracciones 0.13 y 0.15 se tiene una distribución de tamaño de partícula más homogénea que los casos anteriores como se observa en las figuras 3.3 y 3.4. Por lo que, la configuración del sistema de polimerización aplicado tiene mejores resultados para fracciones de monómero menores (Maratille et al, 2022).

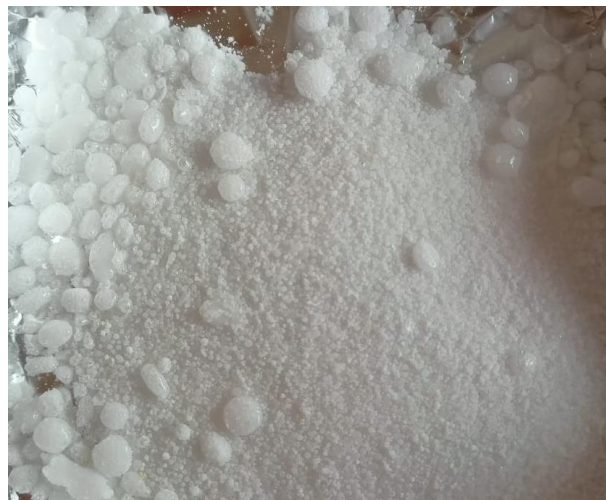


Figura 3.3 Poliestireno a 0.13



Figura 3.4 Poliestireno a 0.15

De acuerdo con Minami (2020) existen varios factores que afectan la relación entre la fase dispersa en la fase acuosa como la concentración de los tensoactivos, el mecanismo de agitación y ciertas propiedades físicas de medio, De manera general estas se ven principalmente alteradas por al aumento o disminución del monómero porque genera que la coalescencia de las gotas del monómero en el agua no se dé de forma adecuada, si embargo si se adecua el sistema de agitación, temperatura y se controla mejor los procesos termodinámicos, como la rotura de partícula, este tipo de efectos se van a presentar con menos frecuencia obteniendo así un producto más homogéneo y un mejor rendimiento.

En la figura 3.5 se observa la gráfica de la dispersión de tamaño en función de la fracción de monómero empleada. Se puede destacar que los picos para las fracciones 0.13, 0.15 y 0.17 son similares puesto que estas presentan tres picos en las mallas 30, 18 y 10 donde se concentra la mayoría del producto obtenido en malla 30 siendo este el pico más alto, pero en cambio con una fracción de 0.19 se observa que el pico más elevado se encuentra en la malla 10. También cabe mencionar que la curva de la fracción a 0.13 de estireno técnicamente solo presenta un pico por lo que es el producto de tamaño de partícula más homogéneo.

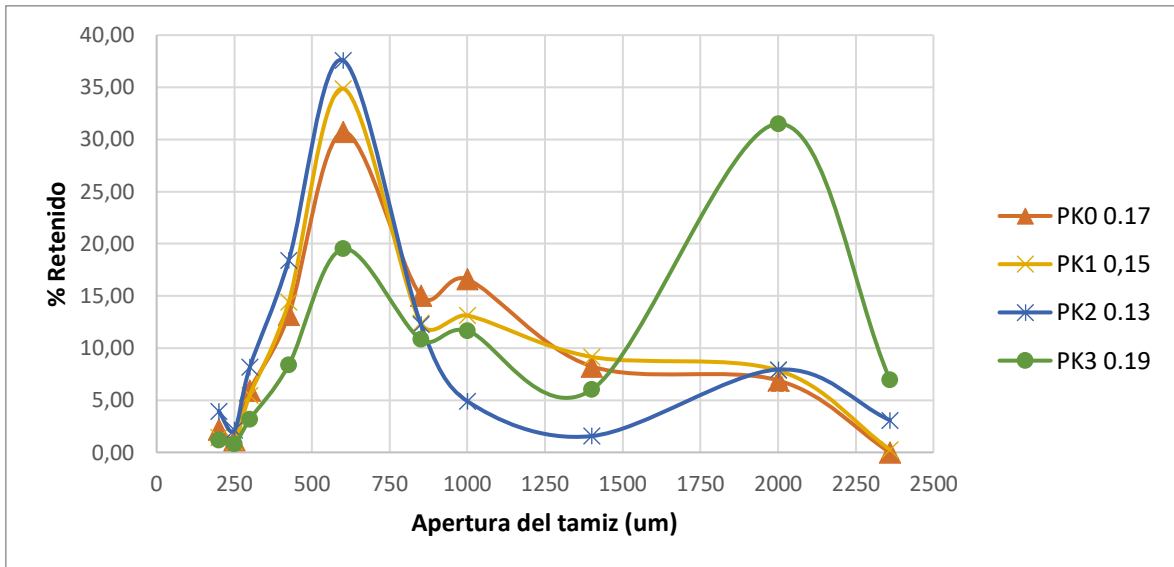


Figura 3.5 Distribución granulométrica

Uno de los aspectos más importantes en el proceso de polimerización en suspensión es el control de la distribución final del tamaño de partícula, la cual se da por dos procesos termodinámicos: la ruptura de las gotas que se da en las regiones cerca de agitador donde existe un alto esfuerzo cortante y la tasa de coalescencia que está principalmente relacionada a la tensión superficial entre las fases (Xie et al, 2018).

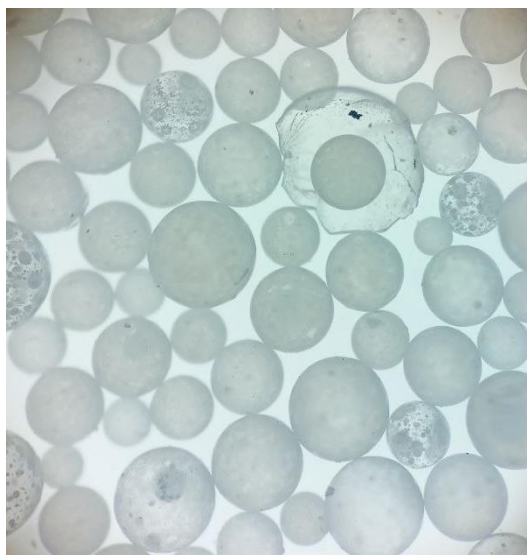


Figura 3.6.1 Imagen en estéreo microscopio a 3.5X de poliestireno a 0.17

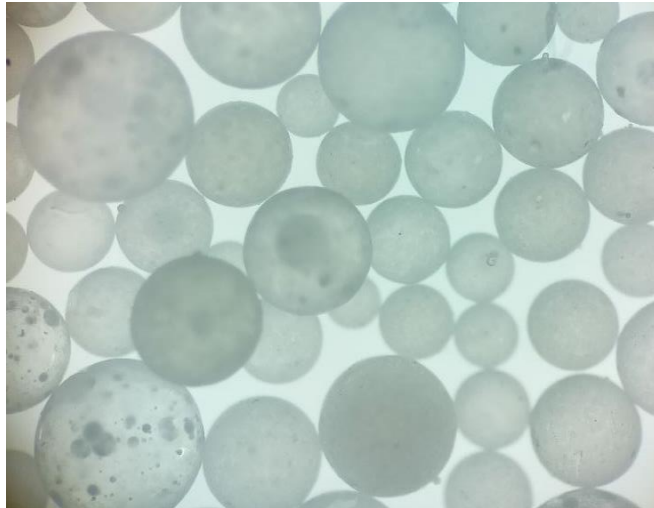


Figura 3.6.2 Imagen en estéreo microscopio a 3.5X de poliestireno a 0.13

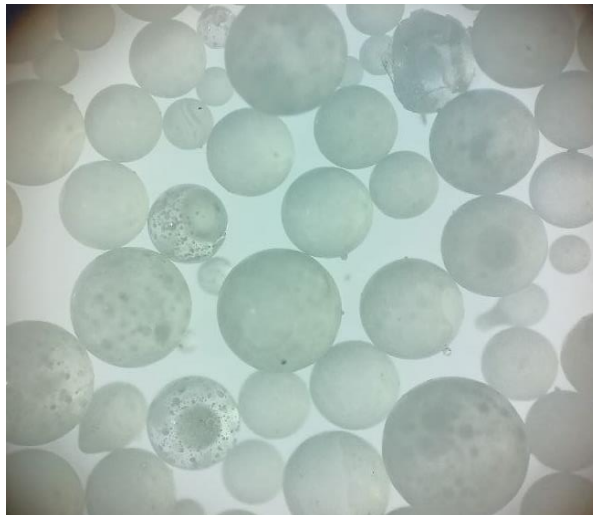


Figura 3.6.3 Imagen en estéreo microscopio a 3.5X de poliestireno a 0.15

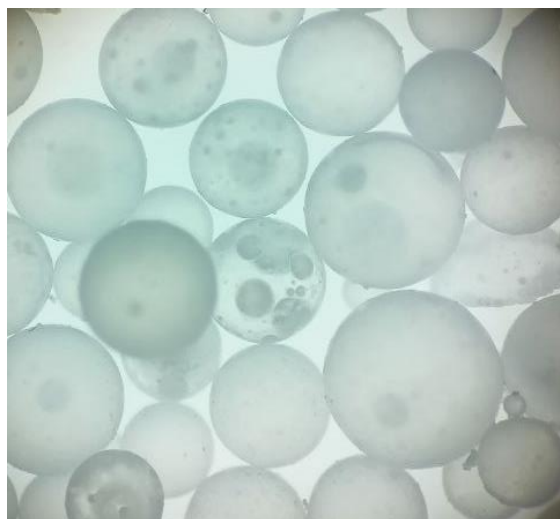


Figura 3.6.4 Imagen en estéreo microscopio a 3.5X de poliestireno a 0.19

El poliestireno obtenido parece tener una forma esférica con una estructura sólida, pero al ver las figuras 3.6 se observa que algunas esferas tienden a ser ligeramente ovaladas además de que claramente varias de estas son translúcidas esto se debe principalmente a la ruptura inadecuada de las partículas durante el proceso de agitación entre las fases (Håkansson y Brandt, 2022).

La ruptura de las gotas o partículas es un fenómeno que se presenta por el flujo turbulento generado por el proceso de agitación y las fluctuaciones de presión a lo largo de la superficie de una gota, debido a las distintas condiciones a la que puede estar sometida la gota su rompimiento se dé de distintas formas. En las figuras 3.7 se observa una ruptura total de las gotas, siendo estas la que presenta una forma esférica perfecta y regular (Solsvik y Jakobsen, 2015).

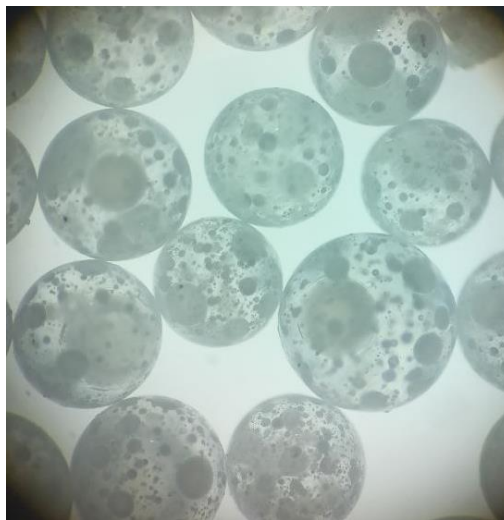


Figura 3.7.1 Imagen en estéreo microscopio a 3.5X de poliestireno a 0.17 de 1000 μm

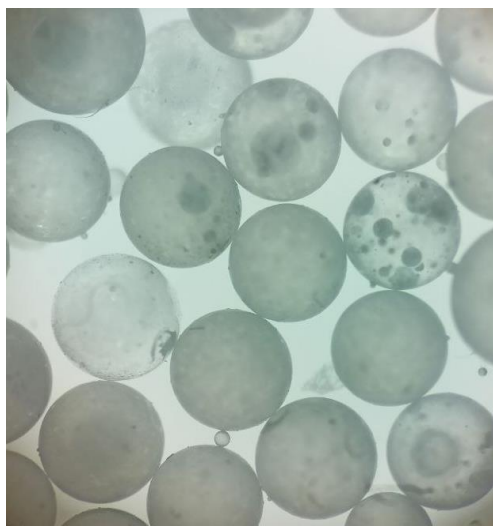


Figura 3.7.2 Imagen en estéreo microscopio a 3.5X de poliestireno a 0.13 de 1000 μm

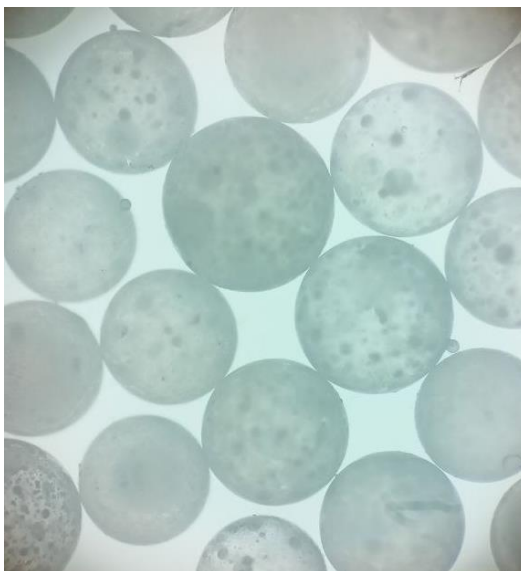


Figura 3.7.3 Imagen en estéreo microscopio a 3.5X de poliestireno a 0.15 de 1000 μm

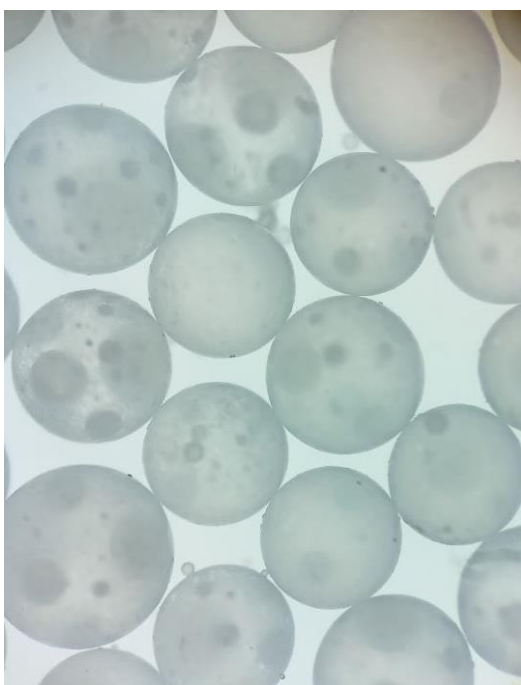


Figura 3.7.4 Imagen en estéreo microscopio a 3.5X de poliestireno a 0.19 de 1000 μm

El rompimiento adecuado se da cuando la gota de monómero se rompe en dos gotas de tamaño similar durante este proceso se forma un hilo fino producto del alargamiento de la gota antes de su ruptura, por lo tanto, se obtiene dos gotas de tamaño similar y una serie de gotitas que corresponden al hilo de estireno (Zhou et al., 2022).

Por otro lado, no siempre las condiciones de sistema son adecuadas para que se dé una ruptura total de la gota, sino más bien las fluctuaciones de la velocidad combinadas con

propiedades físicas similares entre las fases genera que la superficie de la gota permanezca inestable provocando la liberación de una serie de gotitas, a este tipo de ruptura se lo conoce como erosiva se da principalmente en sistemas con baja coalescencia (Zhou et al., 2022).

Por otro lado, la tasa de coalescencia es uno de los fenómenos termodinámicos más comunes durante una polimerización en suspensión, cuando se da el proceso de agitación es muy común que se dé una colisión entre dos gotas. Pueden ocurrir dos casos el primero donde la energía cinética del choque es lo suficientemente fuerte como para que las superficies de las gotas se fusionen entre sí, en cambio si no lo es las moléculas quedan unidas por fina película de líquido como se muestra en las figuras 3.8 (Håkansson et al., 022).

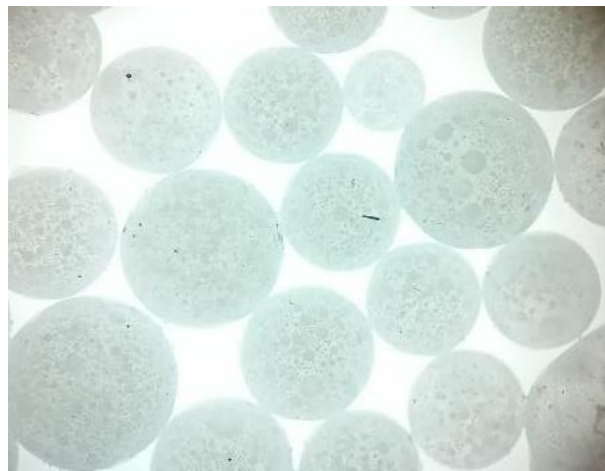


Figura 3.8.1 Imagen en estéreo microscopio a 1X de poliestireno a 0.17 de 2000 μm

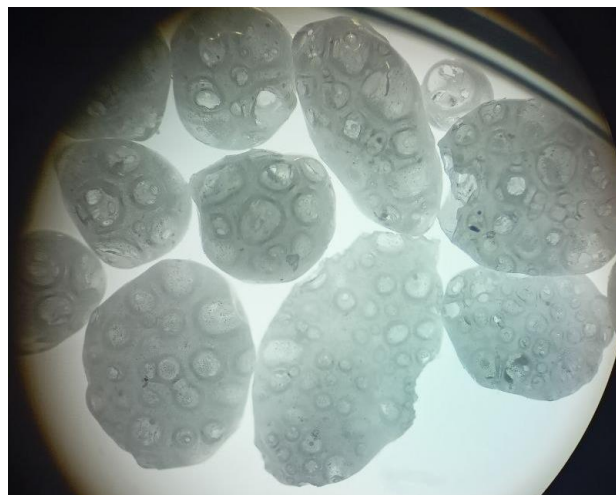


Figura 3.8.2 Imagen en estéreo microscopio a 1X de poliestireno a 0.13 de 2000 μm

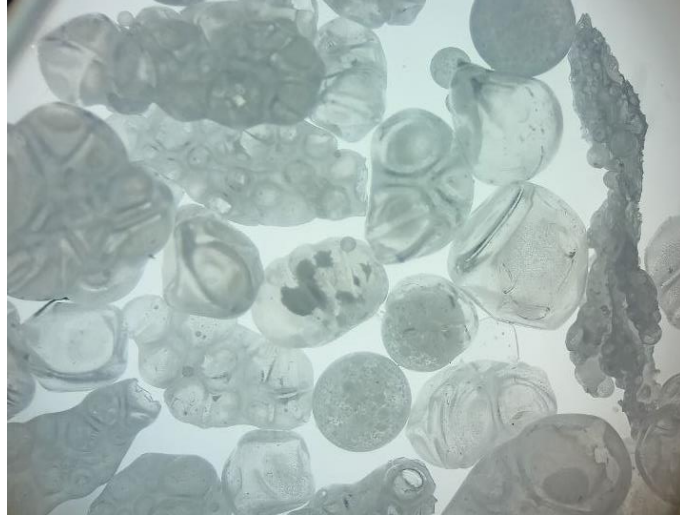


Figura 3.8.3 Imagen en estéreo microscopio a 1X de poliestireno a 0.15 de 2000 μm

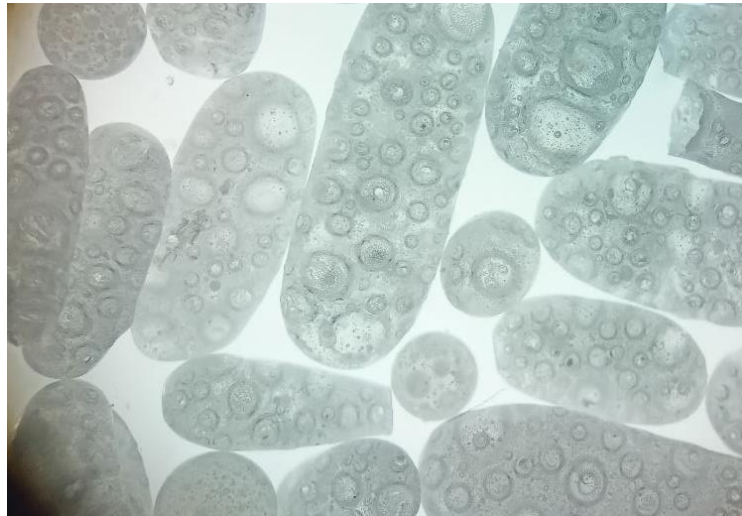


Figura 3.8.4 Imagen en estéreo microscopio a 1X de poliestireno a 0.19 de 2000 μm

3.2 Conclusiones

1. Se demostró que el cambio de la fracción de monómero genera que se presenten dos fenómenos termodinámicos denominados: la rotura de la gota y la tasa de coalescencia los cuales alteran la calidad y la cantidad del poliestireno.
2. Se pudo obtener la configuración adecuada para la producción de poliestireno a nivel de laboratorio, a través de una serie de pruebas previas que permitieron establecer las condiciones idóneas para el sistema.
3. La formula base empleada se consiguió como resultado de las variaciones a la formulación bibliográfica empleada, puesto que esta no se logró acoplar al sistema de polimerización empleado.

4. Las fracciones de monómero que se emplearon fueron 0.13, 0.15, 0.17 y 0.19, las cuales se establecieron según dos parámetros: el peso de monómero en agua sugerido para sistemas de polimerización en suspensión (15 al 45% p/p) y también se consideró el porcentaje total de monómero en la formulación (10-20% p/p).
5. El rendimiento obtenido fue de 85.78%, 85.19%, 92.27% y 92.89% para las fracciones 0.13, 0.15, 0.17 y 0.19 respectivamente. Como se alcanzó un rendimiento superior al 85% se considera que el proceso empleado fue adecuado para la obtención de una cantidad considerable producto.
6. La dispersión de tamaño del producto alcanzado para las fracciones 0.19, 0.15 y 0.17 es similar ya que estas se concentran en tres diámetros 2000 μm , 1000 μm y 600 μm . Mientras que el poliestireno obtenido a 0.13 muestra poca dispersión ya que la mayoría del producto obtenido tiene un diámetro de 600 μm .
7. El poliestireno mayoritariamente mostro una forma esférica con una estructura sólida, pero se observó que algunas esferas tienden a ser ligeramente ovaladas además de que claramente varias de estas son traslúcidas esto se debe principalmente a la ruptura inadecuada de las partículas durante el proceso de agitación entre las fases.

3.3 Recomendaciones

Se recomienda tener un mejor control de la temperatura durante la reacción, ya que el ayuda a obtener un mayor grado de conversión del polímero.

Se recomienda considerar la aplicación de un mayor número de técnicas de caracterización para estudiar más parámetros del producto obtenido.

4 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Baby, A., Tretsiakova-McNally, S., Arun, M., Joseph, P., & Zhang, J. (2020). Reactive and Additive Modifications of Styrenic Polymers with Phosphorus-Containing Compounds and Their Effects on Fire Retardance. *Molecules*, 25(17), 3779. <https://doi.org/10.3390/molecules25173779>
- [2] Chaudhary, V., & Sharma, S. (2019). Suspension polymerization technique: parameters affecting polymer properties and application in oxidation reactions. *Journal of Polymer Research*, 26(5). <https://doi.org/10.1007/s10965-019-1767-8>
- [3] Chen, J. H., Yuan, W. Q., Li, Y. D., Weng, Y. X., & Zeng, J. B. (2019). Malleable and Sustainable Poly(ester amide) Networks Synthesized via Melt Condensation Polymerization. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 7(18), 15147–15153. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b03956>
- [4] Guan, D., Li, J., Sun, G., & Zhai, X. (2019). Some Reflections On Styrene Suspension Polymerization Experiment Teaching. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 473, 012026. <https://doi.org/10.1088/1757-899x/473/1/012026>
- [5] Håkansson, A., & Brandt, L. (2022). Deformation and initial breakup morphology of viscous emulsion drops in isotropic homogeneous turbulence with relevance for emulsification devices. *Chemical Engineering Science*, 253, 117599. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2022.117599>
- [6] Håkansson, A., Cialesi-Esposito, M., Nilsson, L., & Brandt, L. (2022). A criterion for when an emulsion drop undergoing turbulent deformation has reached a critically deformed state. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 648, 129213. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.129213>
- [7] Han, Q., Li, P., Yuan, Y., Zhang, X., Guo, H., & Xu, L. (2020). Efficient synthesis of styrene from toluene with MeOH: Via a ternary composite catalyst. *Applied Catalysis A: General*, 605, 117807. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2020.117807>
- [8] Hasanah, A. N., Soni, D., Pratiwi, R., Rahayu, D., Megantara, S., & Mutakin. (2020). Synthesis of Diazepam-Imprinted Polymers with Two Functional Monomers in Chloroform Using a Bulk Polymerization Method. *Journal of Chemistry*, 2020, 1–8. <https://doi.org/10.1155/2020/7282415>

- [9] Huang, Q., Zhang, H., Xiong, L., Huang, C., Guo, H., Chen, X., Luo, M., Tian, L., Lin, X., & Chen, X. (2018). Controllable Synthesis of Styrene-divinylbenzene Adsorption Resins and the Effect of Textural Properties on Removal Performance of Fermentation Inhibitors from Rice Straw Hydrolysate. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 57(14), 5119–5127. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.8b00545>
- [10] Jayaweera, C. D., & Narayana, M. (2021). Multi-objective dynamic optimization of seeded suspension polymerization process. *Chemical Engineering Journal*, 426, 130797. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.130797>
- [11] Jezorek, R. L., Enayati, M., Smail, R. B., Lejniaks, J., Grama, S., Monteiro, M. J., & Percec, V. (2017). The stirring rate provides a dramatic acceleration of the ultrafast interfacial SET-LRP in biphasic acetonitrile–water mixtures. *Polymer Chemistry*, 8(22), 3405–3424. <https://doi.org/10.1039/c7py00659d>
- [12] Lovell, P. A., & Schork, F. J. (2020). Fundamentals of Emulsion Polymerization. *Biomacromolecules*, 21(11), 4396–4441. <https://doi.org/10.1021/acs.biomac.0c00769>
- [13] Minami, H. (2020). Preparation and Morphology Control of Poly(ionic liquid) Particles. *Langmuir*, 36(30), 8668–8679. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.0c01182>
- [14] Moratille, Y., Arshad, M., Cohen, C., Maali, A., Lemaire, E., Sintes-Zydowicz, N., & Drockenmuller, E. (2022). Cross-linked polymer microparticles with tunable surface properties by the combination of suspension free radical copolymerization and Click chemistry. *Journal of Colloid and Interface Science*, 607, 1687–1698. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2021.09.012>
- [15] Narayan, R. (2018). *Encyclopedia of Biomedical Engineering*. Elsevier Gezondheidszorg.
- [16] Ramli Sulong, N. H., Mustapa, S. A. S., & Abdul Rashid, M. K. (2019). Application of expanded polystyrene (EPS) in buildings and constructions: A review. *Journal of Applied Polymer Science*, 47529. <https://doi.org/10.1002/app.47529>
- [17] Sendra, M., Staffieri, E., Yeste, M. P., Moreno-Garrido, I., Gatica, J. M., Corsi, I., & Blasco, J. (2019). Are the primary characteristics of polystyrene nanoplastics responsible for toxicity and ad/absorption in the marine diatom *Phaeodactylum tricornutum*? *Environmental Pollution*, 249, 610–619. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.03.047>

- [18] Shrivastava, A. (2018). *Introduction to Plastics Engineering*. Elsevier Gezondheidszorg.
- [19] Solsvik, J., & Jakobsen, H. A. (2015). Single drop breakup experiments in stirred liquid–liquid tank. *Chemical Engineering Science*, *131*, 219–234. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2015.03.059>
- [20] van Schijndel, J., Molendijk, D., van Beurden, K., Canalle, L. A., Noël, T., & Meuldijk, J. (2020). Preparation of bio-based styrene alternatives and their free radical polymerization. *European Polymer Journal*, *125*, 109534. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2020.109534>
- [21] Vyas, S., Zhang, X., Goli, E., & Geubelle, P. (2020). Frontal vs. bulk polymerization of fiber-reinforced polymer-matrix composites. *Composites Science and Technology*, *198*, 108303. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2020.108303>
- [22] Xie, L., Liu, Q., & Luo, Z. H. (2018). A multiscale CFD-PBM coupled model for the kinetics and liquid–liquid dispersion behavior in a suspension polymerization stirred tank. *Chemical Engineering Research and Design*, *130*, 1–17. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2017.11.045>
- [23] Yim, W. J., Lee, K. C., & Nam, S. Y. (2014). Colored Polystyrene Particles with a Surface Charge Influenced by Suspension Polymerization. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, *14*(12), 8964–8968. <https://doi.org/10.1166/jnn.2014.10074>
- [24] Zhou, H., Yu, X., Wang, B., Jing, S., Lan, W., & Li, S. (2022). Breakup model of oscillating drops in turbulent flow field. *Chemical Engineering Science*, *247*, 117036. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2021.117036>

5 ANEXOS

ANEXO I. Espectro de los reactivos

ANEXO II. Imagen en estéreo microscopio de poliestireno a 0.17

ANEXO III. Imagen en estéreo microscopio de poliestireno a 0.13

ANEXO IV. Imagen en estéreo microscopio de poliestireno a 0.15

ANEXO V. Imagen en estéreo microscopio de poliestireno a 0.19

ANEXO I

Date: martes, 24 de mayo de 2022

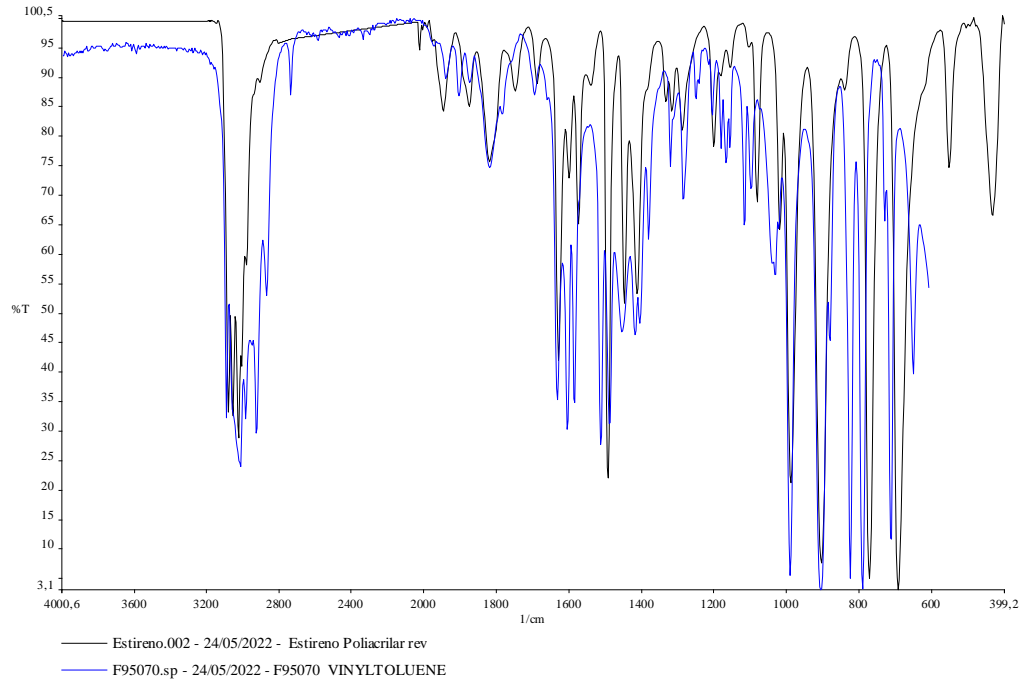


Figura A1. Espectro de RMN de estireno

Date: martes, 24 de mayo de 2022

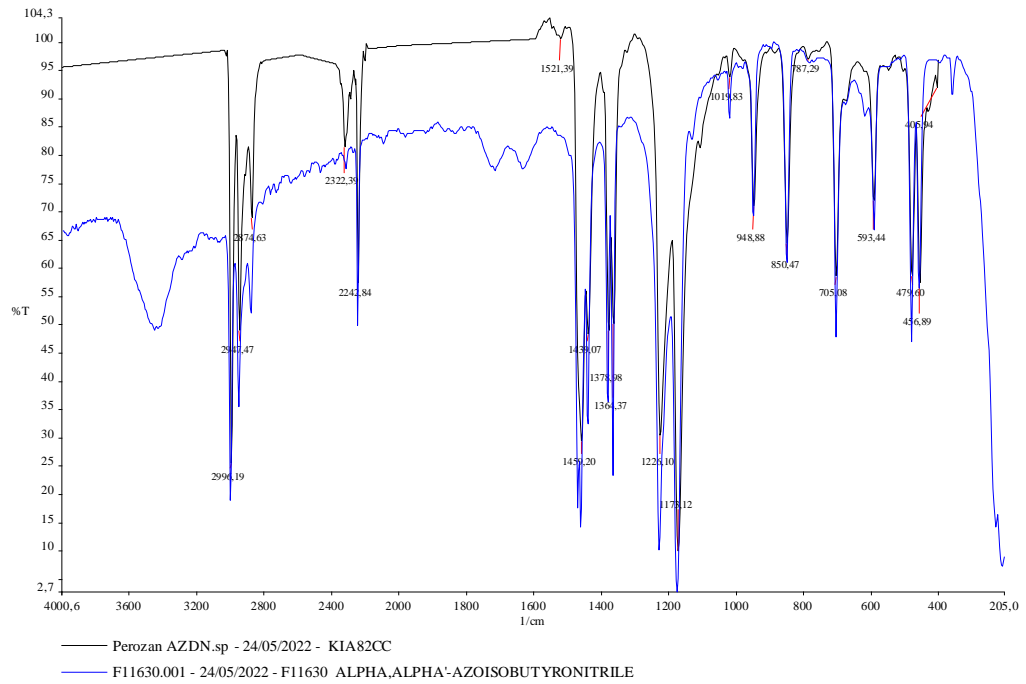


Figura A2. Espectro RMN de AZDN

Date: martes, 24 de mayo de 2022

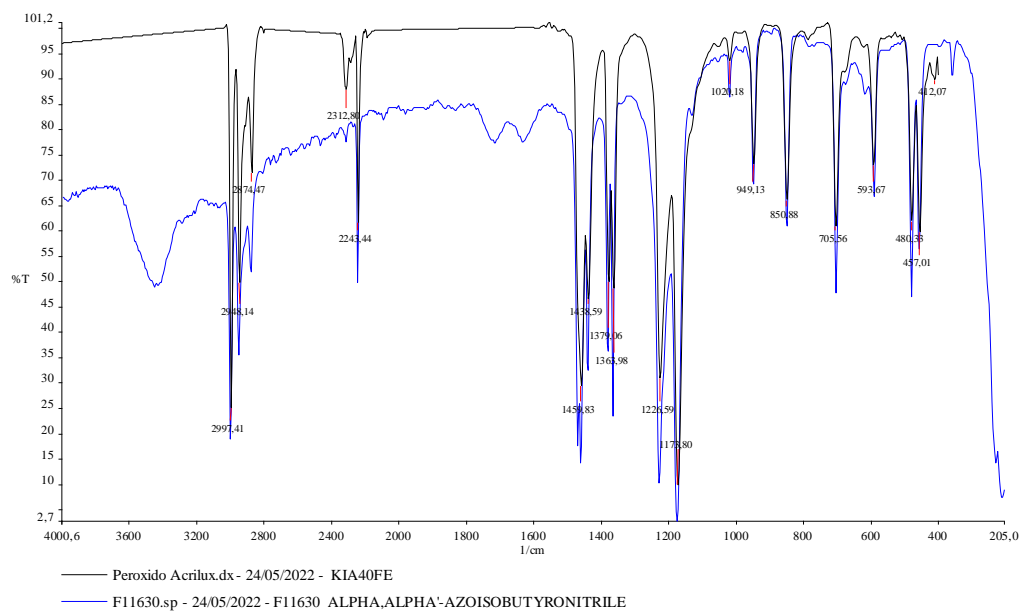


Figura A3. Espectro RMN de peróxido de benzoilo

ANEXO II

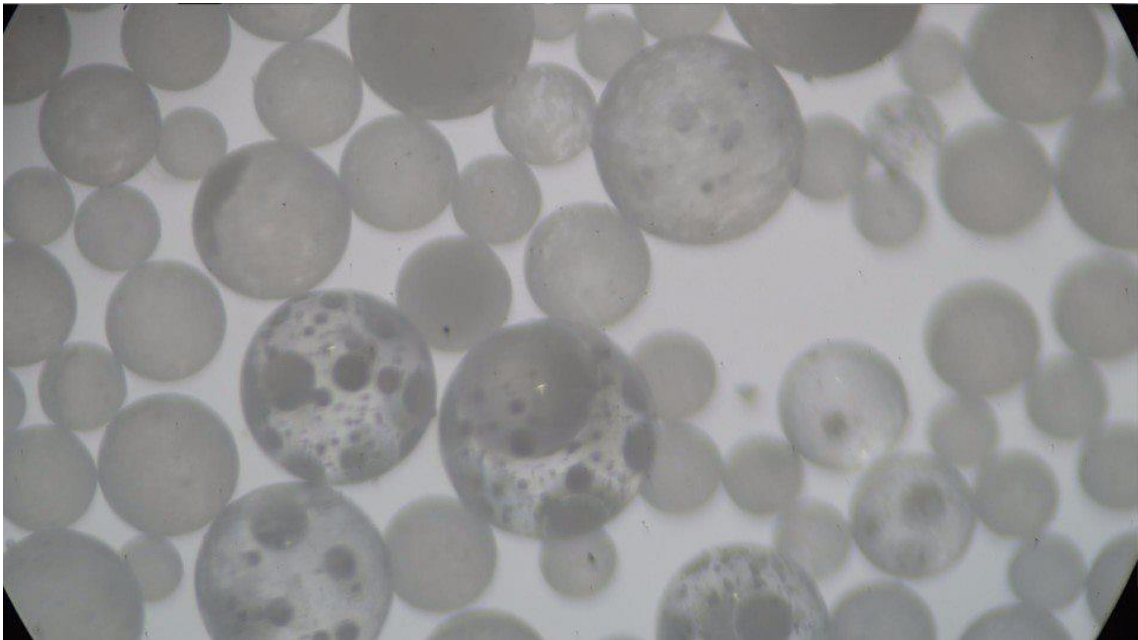


Figura All 1. Imagen en estéreo microscopio a 3.5X de poliestireno a 0.17

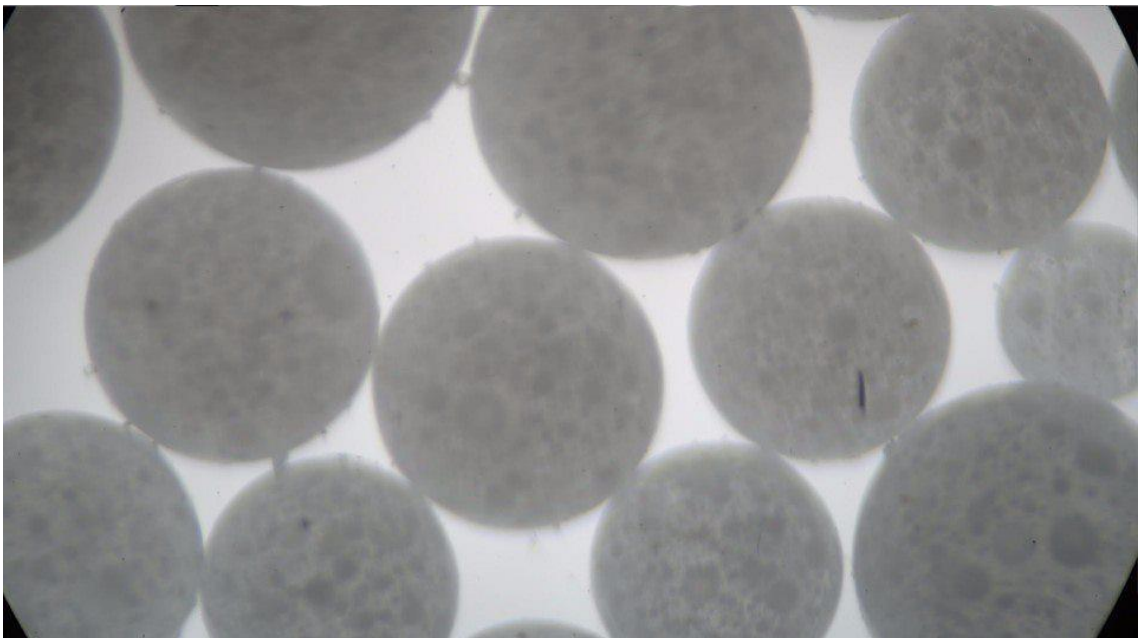


Figura All 2. Imagen en estéreo microscopio a 2X de poliestireno a 0.17 malla 10

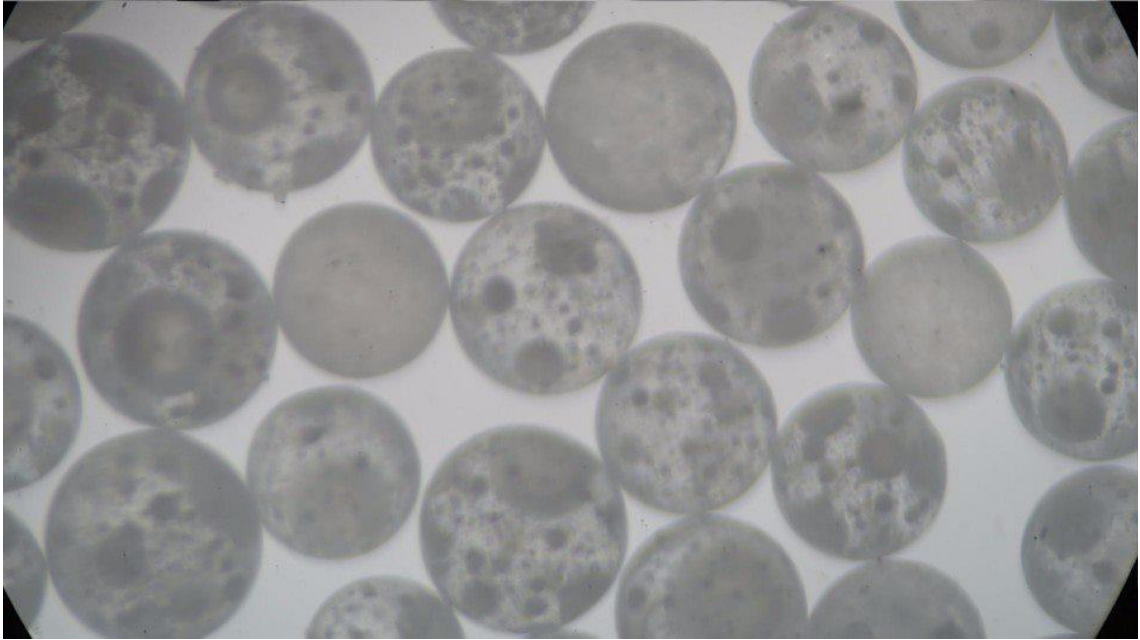


Figura All 3. Imagen en estéreo microscopio a 2.5X de poliestireno a 0.17 malla 18

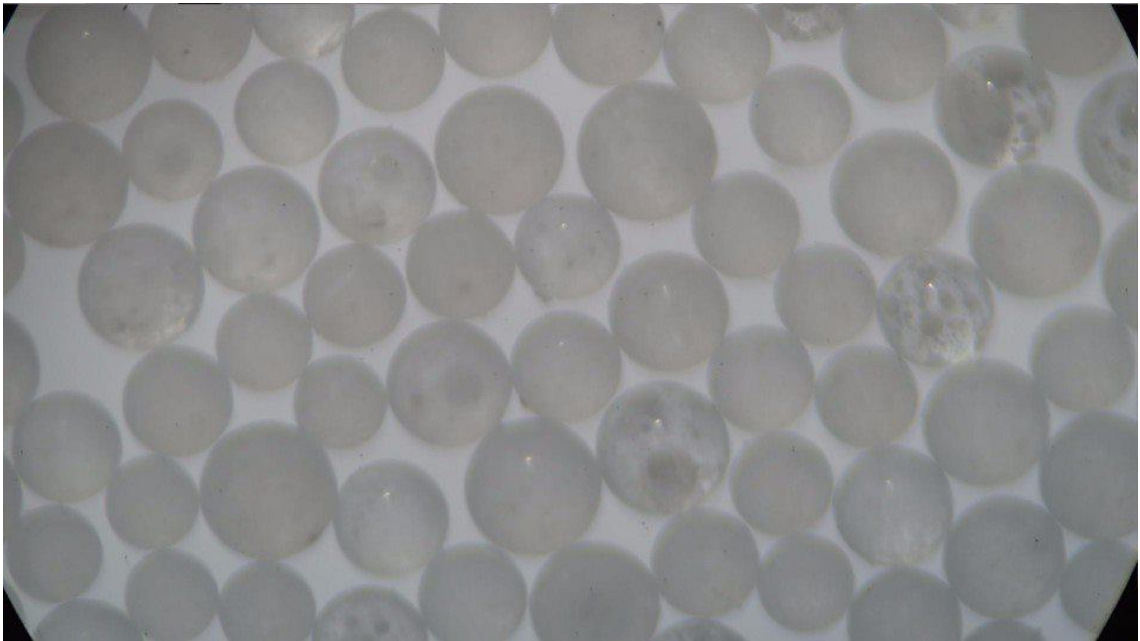


Figura All 4. Imagen en estéreo microscopio a 2.5X de poliestireno a 0.17 malla 30

ANEXO III

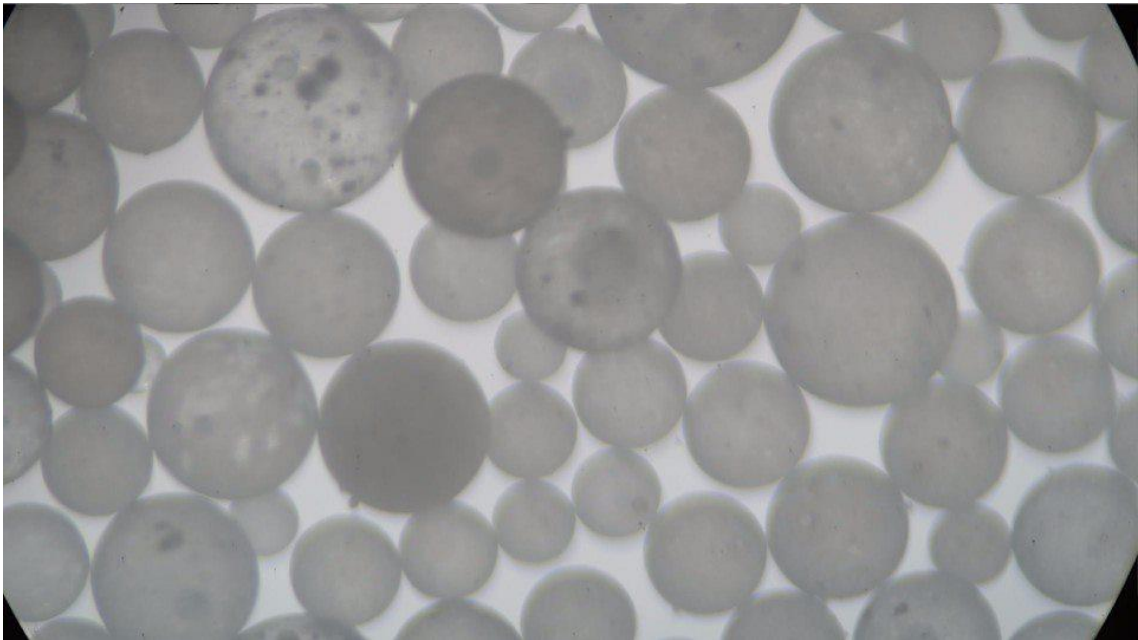


Figura AIII 1. Imagen en estéreo microscopio a 2.5X de poliestireno a 0.13

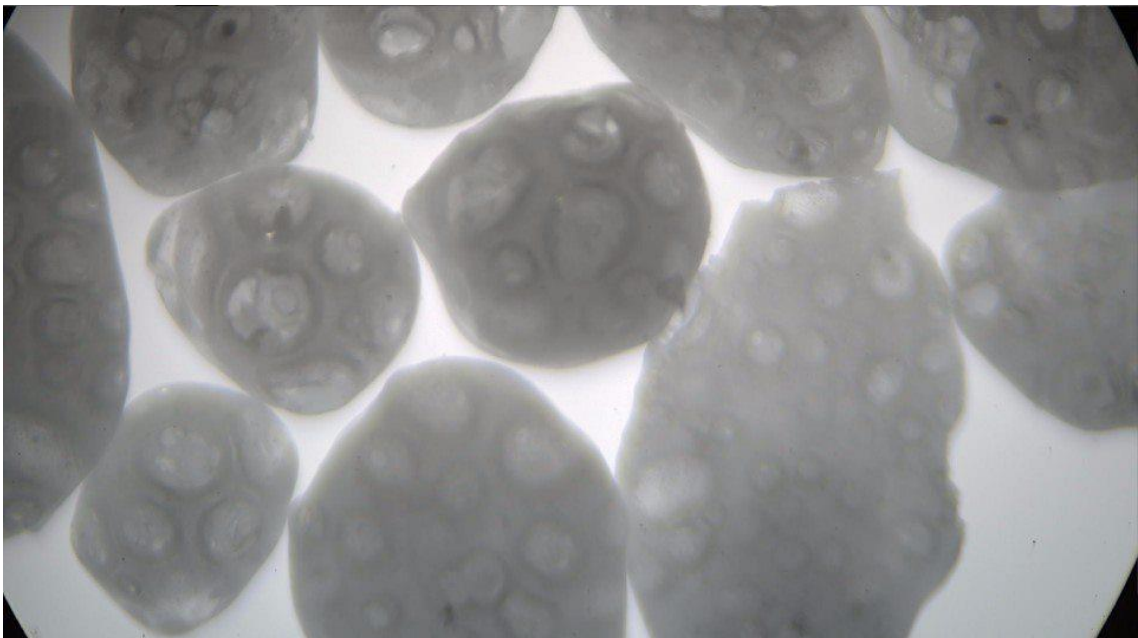


Figura AIII 2. Imagen en estéreo microscopio a 1X de poliestireno a 0.13 malla 10

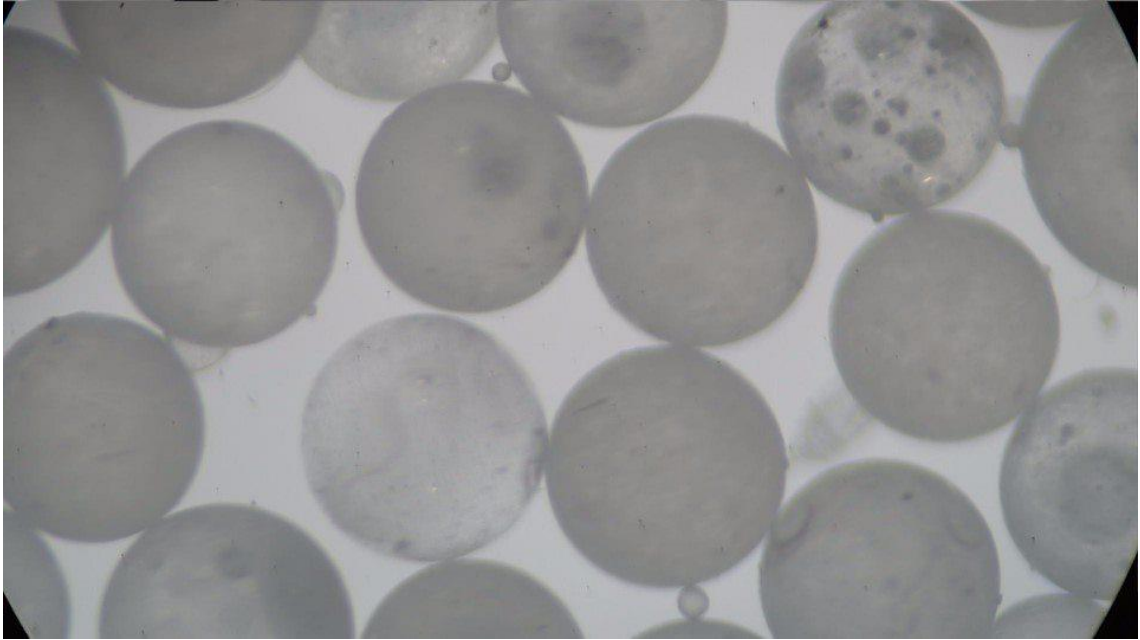


Figura AIII 3. Imagen en estéreo microscopio a 4.5X de poliestireno a 0.13 malla 18

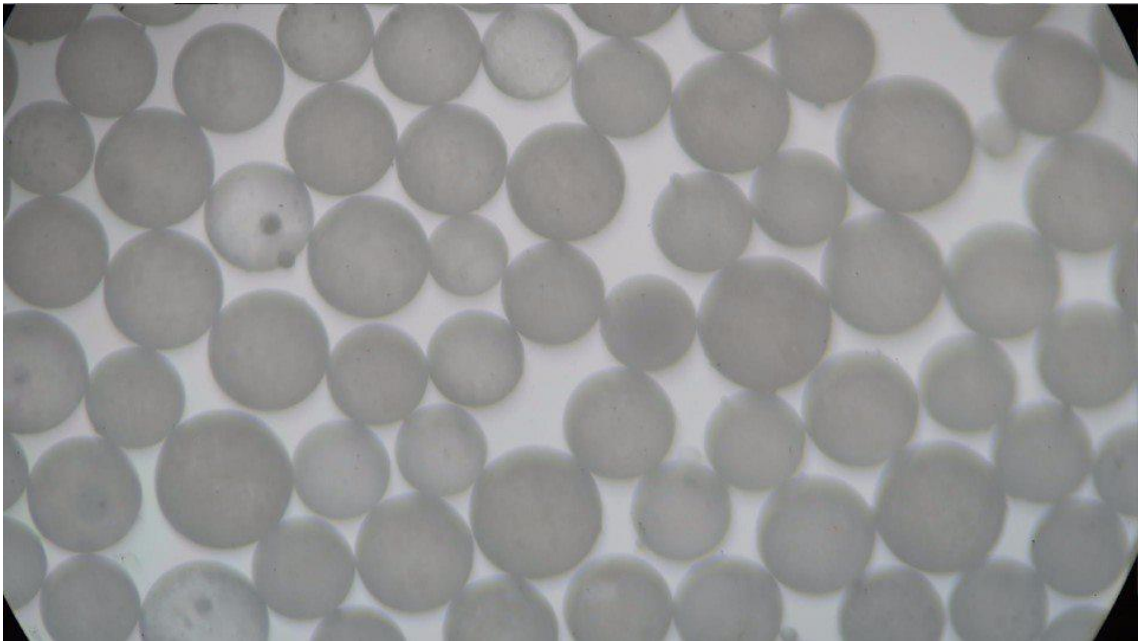


Figura AIII 4. Imagen en estéreo microscopio a 2.5X de poliestireno a 0.13 malla 30

ANEXO IV

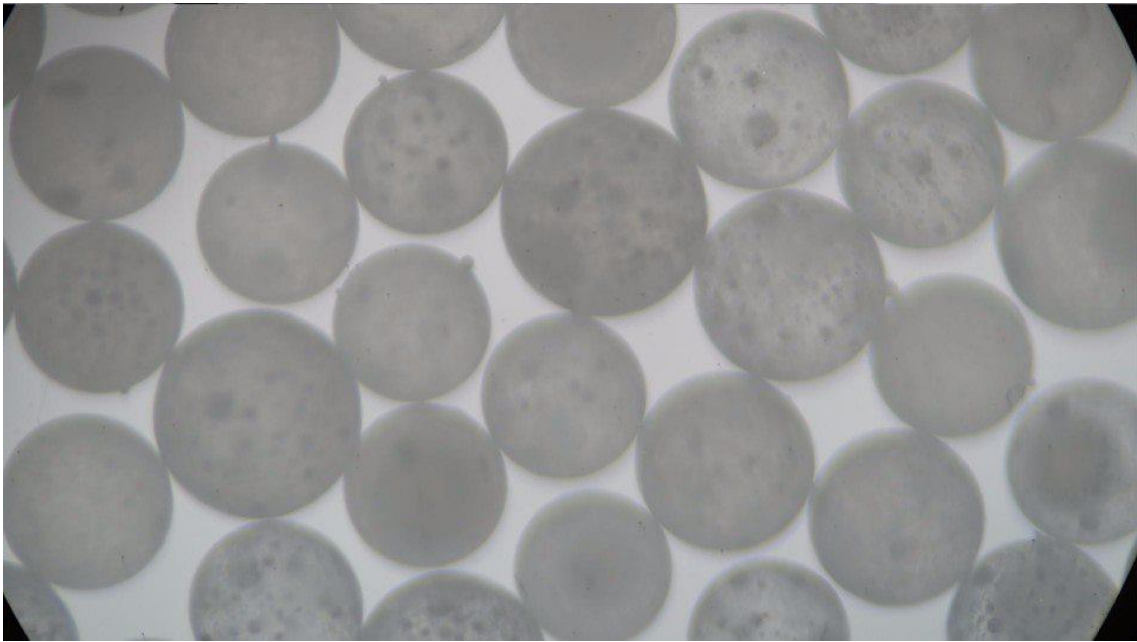


Figura AIV 1. Imagen en estéreo microscopio a 2.5X de poliestireno a 0.15 malla 18

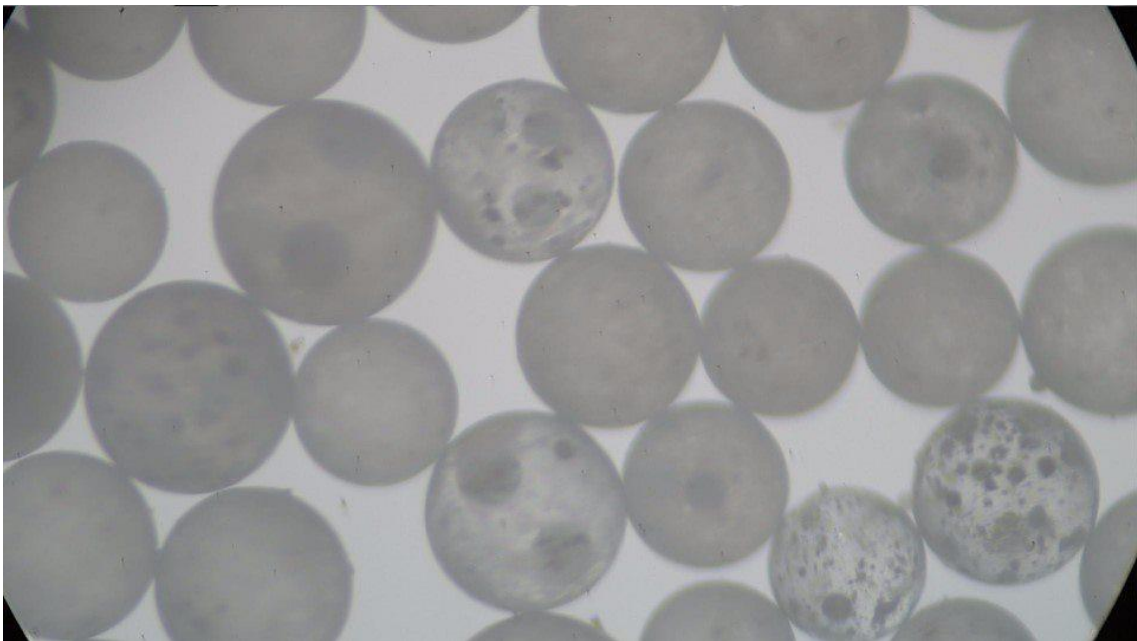


Figura AIII 2. Imagen en estéreo microscopio a 4X de poliestireno a 0.15 malla 30

ANEXO V

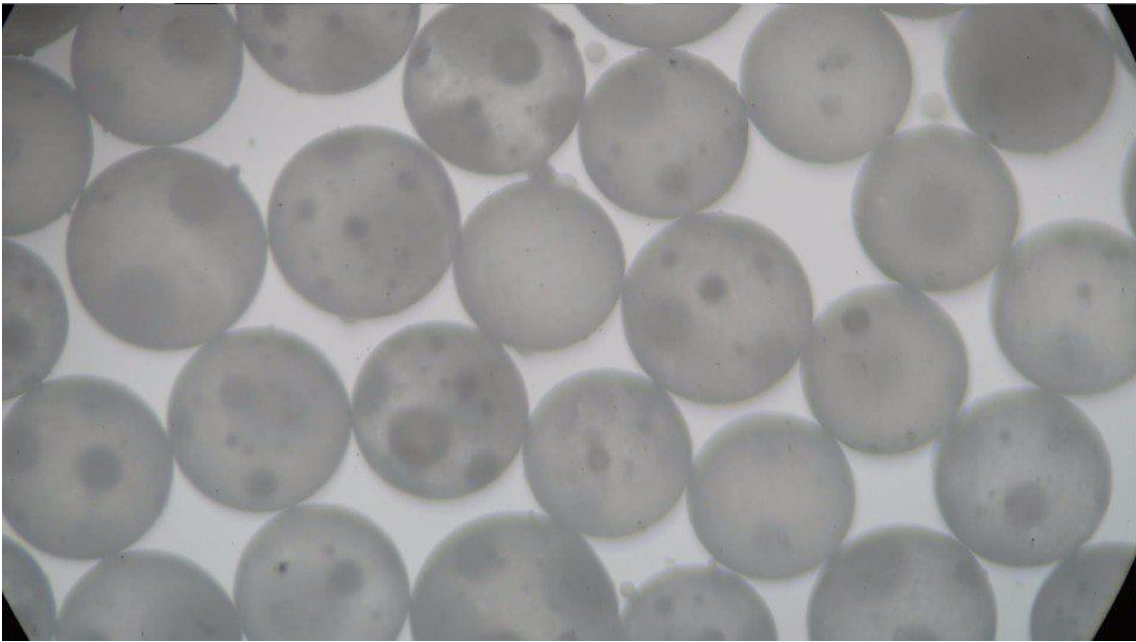


Figura AV 1. Imagen en estéreo microscopio a 2.5X de poliestireno a 0.19 malla 18

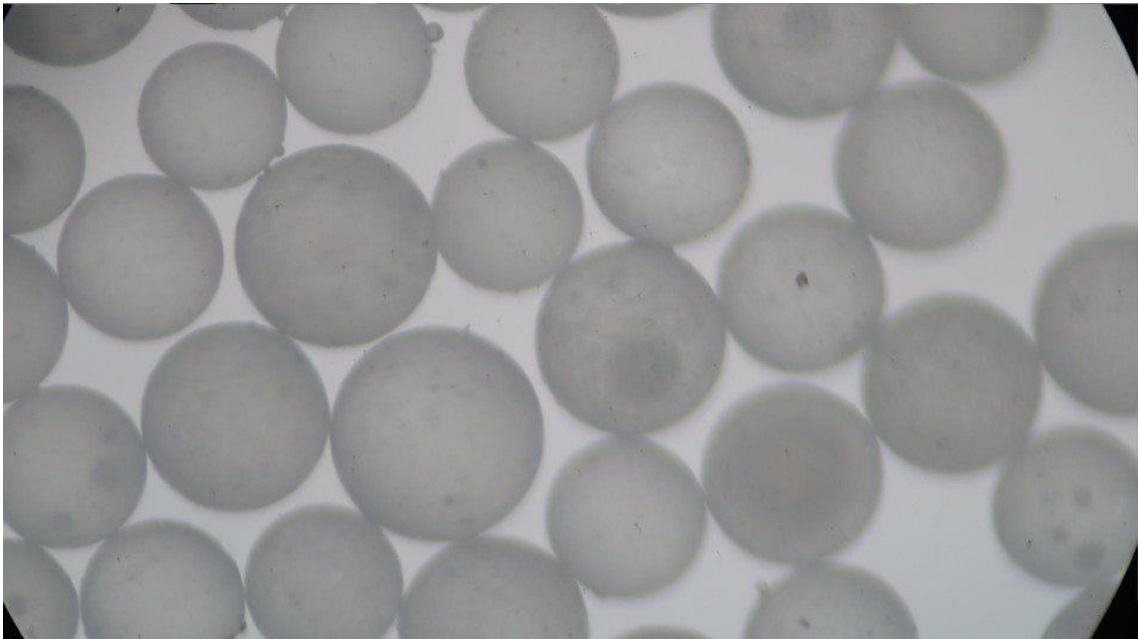


Figura AIII 2. Imagen en estéreo microscopio a 4X de poliestireno a 0.19 malla 30