



PROYECTO SEMILLA PIS-15-18

"Evaluación microestructural, superficial y termomecánica de compuestos nanoestructurados multifuncionales"

En la ciudad de Quito D.M., a los diez días del mes de mayo del año dos mil diecinueve, comparecen a la celebración de la presente Acta de Finalización del Proyecto Semilla **PIS-15-18 "Evaluación microestructural, superficial y termomecánica de compuestos nanoestructurados multifuncionales"**, por una parte la **Ph.D. Alexandra Patricia Alvarado Cevallos** en calidad de **Vicerrectora de Investigación y Proyección Social** de la Escuela Politécnica Nacional, y por otra el **Ph.D. Víctor Hugo Guerrero Barragán** en calidad de **Director del Proyecto Semilla**, al tenor de lo siguiente:

1. ANTECEDENTES:

- a) El 4 de mayo de 2015, al amparo de lo dispuesto por el Consejo de Investigación y Proyección Social (CIPS), mediante Resolución Nro. 22, se aprueba el cronograma para la convocatoria de proyectos de investigación 2015.
- b) Una vez realizado el proceso de evaluación de los proyectos de investigación de la convocatoria 2015, en sesión ordinaria del 21 de septiembre de 2015 y al amparo de lo dispuesto por CIPS, mediante Resolución Nro. 53, se resuelve aprobar el informe final de los proyectos de investigación propuestos de la convocatoria 2015, entre ellos el denominado *"Evaluación microestructural, superficial y termomecánica de compuestos nanoestructurados multifuncionales"* presentado por el Ph.D. Víctor Hugo Guerrero Barragán.

2. DATOS GENERALES DEL PROYECTO:

Código de Proyecto	PIS-15-18
Nombre del Proyecto	<i>Evaluación microestructural, superficial y termomecánica de compuestos nanoestructurados multifuncionales</i>
Director del Proyecto	Ph.D. Víctor Hugo Guerrero Barragán
Colaborador del Proyecto	M.Sc. Nelly María Rosas Laverde Ph.D. Patricia Isabel Pontón Bravo
Departamento	Materiales (DMT)
Líneas de Investigación	<ul style="list-style-type: none">• Materiales nanoestructurados (DMT)• Nanoestructuras (DF)• Métodos espectroscópicos (DF)• Física aplicada (DF)
Objetivo	<i>Evaluar el desempeño de materiales nanoestructurados multifuncionales usados en estructuras inteligentes</i>
Duración del Proyecto	<ul style="list-style-type: none">• Inicio: 1 de abril del 2016.• Fin: 31 de marzo del 2017.• Prórroga ordinaria: 10 meses, hasta el 31 de enero del 2018.• Prórroga extraordinaria: 6 meses, hasta el 31 de julio del 2018.• Duración total: 28 meses.
Entrega del Informe Final	26 de septiembre del 2018
Presupuesto asignado	\$ 15.420,00 USD (quince mil cuatrocientos veinte dólares americanos, con 00/100)
Presupuesto ejecutado	\$ 15.312,38 USD (quince mil trecientos doce dólares americanos, con 38/100)



3. INFORME FINAL:

El 26 de septiembre del 2018 el Ph.D. Víctor Hugo Guerrero, Director del Proyecto Semilla PIS-15-18, presenta el Informe Final del Proyecto, que es revisado por la Dirección de Investigación y Proyección Social (DIPS), mismo que se anexa y forma parte integrante del Acta de Finalización, y cuyas conclusiones, recomendaciones y productos generados son:

CONCLUSIONES:

- a) Las nanopartículas de ZrO_2 se sintetizaron mediante el método sol-gel y fueron calcinadas a $600^\circ C$ para obtener los menores tamaños de partícula de 19,9 nm. Este material presentó una mezcla de fases cristalinas tetragonal y monoclinica.
- b) La presentación de refuerzos de ZrO_2 y GO en recubrimientos epóxicos mejora la adherencia de estas películas en sustratos metálicos. Con base en la norma ASTM D3359-17 se demostró que la resistencia a la corrosión ácida (medio: H_2SO_4 0,5 M), de acero al carbono A34, recubierto con epoxi reforzado con óxido de grafeno y ZrO_2 , en comparación al acero recubierto con epoxi sin reforzamiento, aumentó significativamente. Se evidenció este efecto, en la prolongación del tiempo de aparición de efectos corrosivos como pitting, ampollamiento y desprendimiento de película, de 8 días para películas de epoxi sin refuerzo, a 18 y 20 días, para películas de epoxi con cargas de 0,25 % p/p de GO y 2 % p/p de ZrO_2 , y para recubrimientos de resina epoxi reforzada con 0,25 % p/p de GO, respectivamente.
- c) Con respecto al quitosano obtenido a partir de resifuos de exoesqueletos de cangrejo, éste presentó un peso molecular medio de 304,6 kDa, un tamaño de partícula de 438 nm y un grado de desacetilación de 83 %.
- d) Las nanopartículas de óxido de zinc sintetizadas tuvieron un diámetro hidrodinámico medido por DLS de 32 nm y presentaron una estructura hexagonal tipo wurtzita según los análisis DRX y Raman realizados.
- e) El compuesto de menor tamaño obtenido a partir de quitosano y nanopartículas de óxido de zinc, presentó un diámetro hidrodinámico de 58,5 nm medido por DLS, bajo las condiciones de: concentración de 0,75 % (p/v) de NP-ZnO y una temperatura de $60^\circ C$.
- f) El tejido de algodón impregnado con este compuesto (menor tamaño de partícula) presenta el mejor efecto antibacteriano en comparación con el resto de los compuestos, y con el de los componentes de manera individual, con diámetro de inhibición de 16 y 17 mm para las bacterias de E. coli y S. aureus, respectivamente. Sin embargo, dicho compuesto no fue capaz de mantenerse adherido a la superficie de los tejidos de algodón durante los procesos de lavado.
- g) En relación con los compuestos de PLA reforzados con polvo de bambú (PB), se observó que el módulo de Young aumenta con el incremento del porcentaje de refuerzo.

VH



- h) La adición de PB a la matriz de PLA mejora el grado de cristalinidad del material compuesto ya que actúa como agente de nucleación, consecuentemente algunas propiedades mecánicas y térmicas de los materiales compuestos son superiores respecto a la matriz polimérica sin refuerzo, teniendo las mejores propiedades en los materiales con mayor contenido y mayor tamaño de partícula de PB, en el caso de este estudio corresponde al material con 15 % de PB de tamaño Tamiz 30.
- i) El PB acelera el proceso de degradación térmica del material compuesto y por lo tanto la temperatura a la que empieza la degradación para los compuestos son menores a la del PLA puro, además debido a que el PB bloquea la reacción de grupos químicos que restringen la pérdida de peso, se obtienen mayores cantidades de residuos para los materiales compuestos que para el PLA puro.
- j) El PB genera esfuerzos internos en la matriz de PLA, por eso los materiales compuestos se expanden menos y el coeficiente de expansión térmica lineal CET es menor para los materiales compuestos que para el PLA puro.
- k) Se logró adsorber cafeína e irgasán de soluciones sintéticas utilizando residuos lignocelulósicos modificados con nanopartículas de dióxido de titanio (NP-TiO₂). Así, el tiempo de equilibrio de adsorción fue de 240 minutos para ambos contaminantes y las dosis óptimas de material adsorbente fueron de 7 g.L⁻¹ para remoción de cafeína y de 0.7 g.L⁻¹ para la remoción de triclosán.
- l) Al someter el proceso a radiación UV se logró disminuir cuatro veces el tiempo de contacto necesario para alcanzar la máxima remoción de contaminantes.
- m) Se encontró una relación directamente proporcional entre el contenido de nanopartículas de dióxido de titanio de los materiales compuestos y la capacidad de remoción de contaminantes.
- n) Mediante la modelación de las isothermas de adsorción, se concluyó que la adsorción de cafeína se podría ajustar tanto al modelo de Lagnmuir como al de Freundlich, mientras que la adsorción de triclosán se ajusta mejor al modelo de Freundlich.
- o) Las capacidades máximas de remoción de cafeína y de triclosán fueron de 37,09 mg.g⁻¹ y de 55,28 mg.g⁻¹ respectivamente y se lograron utilizando materiales modificados con matriz lignocelulósica de laurel con un tamaño de partícula de 45 µm.
- p) En relación a las arcillas, los procesos de purificación y de activación de la arcilla natural (tratamiento: NaCl 2 M y tiempo de contacto con agitación de 24 h) permitieron aumentar su capacidad de intercambio catiónico en un 53 % aproximadamente.
- q) La mayor remoción de níquel (II) se obtuvo a pH 8, y con una concentración de arcilla activada en suspensión igual a 1 % (m/v) con lo cual se logró un 92 % de remoción del metal pesado, mientras que en las mismas condiciones la arcilla natural removió aproximadamente solo el 42 % de níquel (II).



- r) Las etapas de activación sódica y remoción de silicatos no laminares incrementaron la CEC de la arcilla en 8,9 % y 73,5 %, respectivamente. La remoción de materia orgánica disminuyó el valor de esta propiedad en un 51,2 % con respecto al valor de CEC de la arcilla en la etapa anterior.
- s) El proceso de purificación de la arcilla permitió obtener un material cuya CEC fue igual a 35,89 cmol/kg mientras que la aplicación de reducción química a este material permitió obtener una arcilla de CEC igual a 60,86 cmol/kg. El incremento de la CEC de la arcilla por efecto de la reducción química fue significativo e igual a 69,6 %.
- t) La modificación organofílica de las arcillas purificadas con y sin aplicación de reducción química previa ocasionó un incremento de su diámetro efectivo. Esto puede deberse a la impregnación incompleta de los cationes de alquilamonio en los espacios interlaminares de las arcillas durante su modificación organofílica. Además, las nanoarcillas organofílicas obtenidas a partir de la arcilla reducida presentaron un menor diámetro efectivo que la nanoarcilla obtenida con arcilla no reducida y mayor carga de amina. Esto se debe a que la arcilla reducida posee una mayor CEC, que permite un mejor recubrimiento de las superficies de los espacios interlaminares con cationes de alquilamonio.
- u) Las técnicas de análisis físico-químico y las técnicas analíticas pueden ser efectivamente empleadas para caracterizar materiales compuestos, nanoestructurados y complejos poliméricos sintetizados mediante técnicas nóveles. Los resultados obtenidos pueden ser comparados y complementan los estudios efectuados mediante técnicas computacionales.

RECOMENDACIONES:

- a) Se podría evaluar la influencia del pH, temperatura y velocidad de agitación en la adsorción de cafeína y triclosán.
- b) Sería aconsejable probar el material compuesto en un lecho filtrante, esto con el fin de no tener la necesidad de realizar filtrados de las muestras para separar el material adsorbente.
- c) Con el fin de mejorar las propiedades adsorbentes de los residuos lignocelulósicos, éstos deberían ser sometidos a un proceso de extracción con etanol-tolueno como parte de su acondicionamiento previo, esto eliminaría sustancias que podrían interferir en la adsorción.
- d) Estudiar la capacidad de adsorción de las arcillas en aguas contaminadas con otros metales pesados diferentes al níquel, otro tipo de contaminantes orgánicos e inorgánicos, para la purificación de aceites usados, etc.
- e) En la obtención de recubrimientos epóxicos nanoestructurados es indispensable mejorar el procedimiento de dispersión de los refuerzos en la matriz polimérica, para así incrementar el desempeño de los recubrimientos compuestos, ya que la metodología utilizada no fue lo suficientemente efectiva para minimizar el tamaño de los aglomerados.



PRODUCTOS:

1. Artículo: "Synthesis, characterization and theoretical calculations of Cu(I) complex of trithiocyanuric acid [Cu(ttc)₃]" ; Jaramillo Ximena, Zambrano César, Fernández Francisco, Sáez Regino, Cosca César, Guerrero Víctor, González Silvia; Universitas Scientiarum (Q3); ISSN: 01227483; DOI: 10.11144/Javeriana.SC23-2.scat; agosto 2018.
2. Artículo enviado para revisión: "Caracterización Mecánica y Térmica de Ácido Poliláctico (PLA) Reforzado con Polvo de Bambú (PB)" ; Campaña Orlando, Guerrero Víctor; Revista Politécnica (Latindex); ISSN: 1390-0129; abril 2018.
3. Conferencia: "Evaluación de la Reducción Química de Montmorillonita como parte del Proceso de Obtención de nanoarcillas Organofílicas" ; Ayala César; XXVIII Congreso Interamericano de Ingeniería Química; Cusco, Perú; octubre 2016.
4. Póster: "Estudio del efecto de la cantidad de adsorbente en el material compuesto de residuos lignocelulósicos y magnetita nanoparticulada para la remoción de zinc y cromo (VI) en soluciones sintéticas" ; Medina Tanya; Secta Escuela Nanoandes. Nanomateriales: Síntesis y Toxicología; Cali, Colombia; noviembre 2016.
5. Conferencia: "Remoción de contaminantes emergentes empleando residuos lignocelulósicos impregnados con dióxido de titanio nanoparticulado" ; Galeas Salomé; Primeras Jornadas Científicas Facultad de Ingeniería Mecánica - ESPOCH; Riobamba, Ecuador; junio 2018.
6. Conferencia: "Nanomateriales. Síntesis, caracterización y aplicaciones" ; Galeas Salomé; Primeras Jornadas Científicas Facultad de Ingeniería Mecánica - ESPOCH; Riobamba, Ecuador; junio 2018.
7. Tesis de Maestría en Diseño, Producción y Automatización Industrial: "Diseño y construcción de un equipo para ensayo de impacto por caída de dardo conforme a la norma ASTM D1709-15" ; Macas Valdez Xavier Oswaldo, Salazar Alvear Marcelo Vinicio; <http://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/17224>; abril 2017.
8. Proyecto de Titulación de Ingeniería Química: "Evaluación de la reducción química de montmorillonita como parte del proceso de obtención de nanoarcillas organofílicas" ; Ayala Peñafiel Cesar Mauricio; <http://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/16754>; octubre 2016.
9. Paper de Titulación de Ingeniería Química: "Evaluación de la resistencia a la corrosión de acero al carbono recubierto con epoxi reforzado con óxido de grafeno y ZrO₂" ; Galarraga Meneses Pamela Celina; https://biblioteca.epn.edu.ec/cgi-bin/koha/opac-detail.pl?biblionumber=71515&shelfbrowse_itemnumber=91913; julio 2018.
10. Paper de Titulación de Ingeniería Química: "Modificación química y superficial de arcillas montmorillonitas para la remoción de níquel de aguas sintéticas" ; Cañar Suárez Elio Fabricio; http://biblioteca.epn.edu.ec/cgi-bin/koha/opac-detail.pl?biblionumber=71119&shelfbrowse_itemnumber=91281; julio 2018.





11. Proyecto de Titulación de Ingeniería Civil y Ambiental: "Estudio de la remoción de cromo y zinc de aguas sintéticas empleando carbón activado impregnado con nanotubos de carbono"; Estrella Granja Juan Franciso; <http://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/20057>; febrero 2019.
12. Paper de Titulación de Ingeniería Química: "Obtención de un compuesto de quitosano y nanopartículas de óxido de zinc con propiedades antibacterianas aplicado sobre tejidos de algodón"; Suárez Tipantiza Carlos Gabriel; <https://biblioteca.epn.edu.ec/cgi-bin/koha/opac-MARCdetail.pl?biblionumber=71467>; agosto 2018.
13. Proyecto de Titulación de Ingeniería Civil y Ambiental: "Estudio de la adsorción de irgasán y cafeína utilizando residuos lignocelulósicos modificados con óxido de titanio"; León Ortiz Gonzalo Rodrigo; <http://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/19349>; abril 2018.
14. Presentación de póster a la comunidad politécnica: "Aplicaciones medioambientales del aserrín"; Medina Tanya; Encuentros EPN- HABITAT III; octubre 2016.
15. Presentación de póster a la comunidad politécnica: "Superalgodón nanoreforzado"; Salas Gabriel; Encuentros EPN- HABITAT III; octubre 2016.
16. Conferencia a la comunidad politécnica: "Materiales compuestos reforzados con polvo de madera y nanoarcillas"; Campaña Orlando; Ciclo de conferencias 2017-B organizados por la Facultad de Ingeniería Mecánica; noviembre 2017.
17. Conferencia a la comunidad politécnica: "Revestimientos cerámicos y compuestos para protección anticorrosiva de sustratos metálicos"; Lagos Karina; Ciclo de conferencias 2017-B organizados por la Facultad de Ingeniería Mecánica; noviembre 2017.
18. Nueva Propuesta de investigación: "PIJ-18-01: Síntesis, caracterización y evaluación de la actividad fotocatalítica de nanoestructuras magnéticas híbridas de hierro-titanio obtenidas a partir de precursores naturales"; proyecto junior.
19. Nueva Propuesta de investigación: "Transformación de arcillas naturales en zeolitas para eliminación de contaminantes en sistemas acuosos"; Planteamiento de Proyecto Externo; Propuesta de proyecto CEDIA-XII CEPRA.
20. Nueva Propuesta de investigación: "Graphene based nanomaterials for treating brain diseases"; Planteamiento de Proyecto Externo; Propuesta de proyecto CEDIA-XII CEPRA

4. LIQUIDACIÓN ECONÓMICA:

El Proyecto Semilla PIS-15-18 contó con una asignación presupuestaria del Vicerrectorado de Investigación y Proyección Social de \$ 15.420,00 USD (quince mil cuatrocientos veinte dólares americanos, con 00/100), y ejecutó \$ 15.312,38 USD (quince mil trecientos doce dólares americanos, con 38/100).

43



5. FINALIZACIÓN:

Con la presente Acta se declara finalizado y cerrado al Proyecto Semilla PIS-15-18 "**Evaluación microestructural, superficial y termomecánica de compuestos nanoestructurados multifuncionales**".


Para constancia de lo ejecutado y por estar de acuerdo con el contenido de la presente Acta, las partes libre y voluntariamente suscriben la misma, en tres ejemplares de igual contenido, tenor y valor legal.

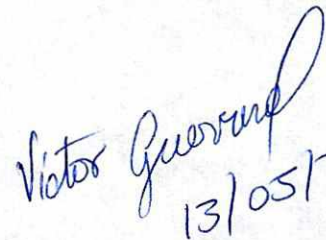
Dado en la ciudad de Quito, D.M. a los diez días del mes de mayo del año dos mil diecinueve.


Ph.D. Alexandra Alvarado
Vicerrectora de Investigación
y Proyección Social

sp/cc

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
VICERRECTORADO DE INVESTIGACIÓN
Y PROYECCION SOCIAL


Ph.D. Víctor Hugo Guerrero
Director del Proyecto
PIS-15-18


13/05/2019