

**DESARROLLO POR CRONOPOTENCIOMETRIA DE PIRROL EN  
COMPLEJO POLIOL-BORATO DE UN NUEVO MATERIAL POLIMERICO  
CON CAPACIDAD ACTUADORA A GRADIENTES DE HUMEDAD**

**LUIS FELIPE BERROCAL SÁNCHEZ**

**JADER MIGUEL SÁNCHEZ MORA**

**PROGRAMA DE INGENIERÍA MECÁNICA.**

**UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA**

**FACULTAD DE INGENIERÍAS**

**MONTERÍA-CÓRDOBA.**

**2015.**

**DESARROLLO POR CRONOPOTENCIOMETRIA DE PIRROL EN  
COMPLEJO POLIOL-BORATO DE UN NUEVO MATERIAL POLIMERICO  
CON CAPACIDAD ACTUADORA A GRADIENTES DE HUMEDAD**

**TRABAJO DE GRADO PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO  
MECÁNICO**

**AUTORES**

**LUIS FELIPE BERROCAL SÁNCHEZ**

**JADER MIGUEL SÁNCHEZ MORA**

**DIRECTOR**

**ING. ELKIN CAMILO MEDELLIN PEREZ**

**UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA**

**FACULTAD DE INGENIERÍAS**

**MONTERÍA-CÓRDOBA.**

**2015.**

El jurado calificador del trabajo de grado no será responsable de las ideas emitidas por  
los autores

(Artículo 46, acuerdo 006 de Mayo de 1979, consejo directivo)

**Nota de aceptación:**

---

---

---

---

---

---

**Firma del Presidente del Jurado**

---

**Firma Del Jurado**

---

**Firma Del Jurado**

## **AGRADECIMIENTOS**

Primero que todo gracias a Dios por darme la sabiduría y la paciencia para culminar esta carrera, que aunque algunas veces me sentía desfallecer él siempre estuvo ahí para mí.

Agradezco a mis padres Luis Carlos y Edith que me apoyaron en este proceso brindándome su cariño y paciencia.

Le doy gracias a todos mis compañeros que con sus anécdotas y sonrisas hicieron de estos últimos años los mejores años de mi vida, a Humberto a Jader, a Javier de Oro, por brindarme su sincera amistad y apoyo en los últimos años, a mis compañeros de lucha, Pedro, Keimer, Diana, Camilo, Mario, Ricardo, Rosso, Harold y los demás compañeros de cada uno de ellos aprendí el valor del compañerismo y la amistad

A mis profesores, Valery, Demóstenes, Jairo, William, Oscar Peralta, de cada uno aprendí algo que me servirá tanto en mi vida profesional como personal, al Ing. Yahir Gonzales por brindarme su amistad desinteresada y sincera.

Al Ing. Elkin Medellín que como director de mi tesis supo guiarnos en cual era nuestro mejor camino y al Dr. Álvaro Arrieta, porque decir que es un buen amigo se queda corto, es una persona con la cual cada conversación significa una enseñanza nueva y que nos brindó su sabiduría desinteresadamente y nos ayudó en todo este proceso de corazón.

Al grupo DANM de la UPB por dejarnos trabajar en su laboratorio que permitió la realización de esta investigación y a Oscar y Andrés Felipe por ayudarnos en nuestra estadía en el laboratorio.

Y por último pero no menos importante a Neira Osorio por ayudarme en estos últimos años y por acompañarme siempre sin importar que tan duras se tornen las situaciones.

**LUIS FELIPE BERROCAL SANCHEZ**

**Si he podido ver más allá, es porque me he subido en hombros de un gigante....En los hombros de Dios. (Isaac Newton)**

El tiempo vuela interminable, constante, segador y sin discriminación alguna nos obliga a exprimir y degustar la esencia de la vida. Somos pasajeros en este mundo que corremos contra el tiempo buscando surgir, cambiar y ser parte de la historia. Y es solo la mano amiga y la fuerza de gigantes con su apoyo y entrega lo que nos hace culminar cada sueño en esa búsqueda. Por esa razón agradezco de todo corazón a:

A toda mi familia, por su cariño, comprensión y recomendaciones, por acompañarme en cada sueño y meta que me he propuesto. En especial a mis padres (Elba Y Martín) y mi hermano (Martin), por ofrecerme su apoyo incondicional, su confianza y sus buenos consejos que han guiado mis pasos. “Han demostrado ser maravillosos e incansables”

A los profesores Ing. Valery Lancheros, Demóstenes Durango, Jairo Durango, William Beltrán, Oscar Peralta por sus enseñanzas y consejos que dieron fortaleza a mi vida profesional y al Ing. Yahir González por su ayuda, buena disposición y buenos consejos.

A mis compañeros Luís, Wilder, Carpíos, por su amistad sincera, apoyo incondicional y buenos consejos. A Diana, Lina, Cristian, Mario, Ricardo, Camilo, Pedro, Alan, Keimer, Guio, Rosso Denis, Sara y demás compañeros de estudios, fueron buenos momentos.

Dr. Álvaro Ángel Arrieta Almario por su confianza, sus enseñanzas invaluable, colaboración y apoyo durante el desarrollo de esta investigación.

Ing. Elkin Camilo Medellín Pérez por su apoyo y su guía en esta etapa.

Al grupo DANM, por su colaboración y asistencia durante el desarrollo de esta investigación. A Oscar y Andrés por su ayuda y asesoría.

JADER MIGUEL SÁNCHEZ MORA

## CONTENIDO

INDICE DE ECUACIONES.....	ix
INDICE DE FIGURAS.....	ix
INDICE DE TABLAS .....	xii
RESUMEN.....	xiii
ABSTRACT .....	xiv
OBJETIVOS .....	xv
INTRODUCCION .....	16
1. REVISION LITERARIA.....	18
1.1. POLÍMEROS .....	18
1.2. POLIMEROS CONDUCTORES.....	18
1.3. SINTESIS DE POLIMEROS .....	20
1.3.1. SINTESIS ELECTROQUIMICA.....	20
1.4. CAPACIDAD ACTUADORA EN POLIMEROS.....	22
1.4.1. ACTUADORES POLIMERICOS.....	22
1.4.2. ACTUADORES POLIMERICOS CON CAPACIDAD ACTUADORA A GRADIENTES DE HUMEDAD.....	24
1.5. TECNICAS ELECTROQUIMICAS.....	26
1.5.1. CRONOPONTECIOMETRIA .....	26
1.5.2. CRONOAMPEROMETRIA .....	27
1.6. ESPECTROSCOPIA.....	29
1.6.1. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO.....	29
1.6.2. IMPEDANCIA .....	31

2.	MATERIALES Y METODOS .....	39
2.1.	REACTIVOS.....	39
2.2.	DESARROLLO EXPERIMENTAL .....	39
2.2.1.	MONTAJE DE CELDA ELECTROQUIMICA .....	41
2.2.2.	SINTESIS ELECTROQUIMICA DE PIRROL.....	42
2.2.3.	CARACTERIZACION DE LA PELICULA POLIMERICA.....	44
2.2.3.1.	CARACTERIZACION POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO ....	44
2.2.3.2.	CARACTERIZACION POR ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA ...	44
2.2.4.	EVALUACION DE LA PELICULA POLIMERICA .....	46
3.	RESULTADOS Y DISCUSION .....	49
3.1.	SINTESIS DE PIRROL EN COMPLEJO POLIOL-BORATO .....	49
3.2.	CARACTERIZACION DE LA PELICULA POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO .....	51
3.2.1.	SINTESIS DE POLIPIRROL.....	51
3.2.2.	ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO DE POLIPIRROL .....	52
3.2.3.	ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO DE LA PELICULA DE POLIPIRROL POLIMERIZADA EN COMPLEJO POLIOL-BORATO .....	53
3.3.	ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA .....	54
3.4.	EVALUACION DE LA PELICULA.....	58
4.	CONCLUSIONES .....	62
5.	RECOMENDACIONES.....	64
	BIBLIOGRAFIA.....	65
	ANEXOS.....	74



## INDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1 Absorbancia en función de la transmitancia (Bertel & Segura, 2009).....	30
Ecuación 2 Cálculo de la Impedancia (Johnson & Macdonald, 2005) .....	32
Ecuación 3 Impedancia del circuito eléctrico equivalente (Otalora et al, 2009) .....	35
Ecuación 4 Representación del elemento de fase constante (Juttner, 1999).....	37
Ecuación 5 Impedancia del sistema electroquímico (Florez et al, 2004).....	47
Ecuación 6 Cálculo para determinar el $Y_{top}$ (Alonso-Vante, 2002) .....	56
Ecuación 7 Conductividad del material (Bertel & Segura, 2009).....	57

## INDICE DE FIGURAS

Figura 1 A) Polaron B) Bipolaron (Jaramillo, 2013) .....	19
Figura 2 Configuración de los polímeros conductores más comunes (Bertel & Segura, 2009) .....	19
Figura 3 Representación esquemática celda electroquímica (Fernández, 2003) .....	20
Figura 4 Esquema macroscópico del movimiento de un músculo bicapa en un medio acuoso (Fernández, 2003) .....	23
Figura 5 Película compuesta de polipirrol-poliol borato y cambio de estructura absorbiendo agua (Mingming et al, 2013) .....	25
Figura 6 Movimiento continuo de un actuador respondiendo a la absorción y desorción de agua (Hyoki & Sunghoon, 2013) .....	25
Figura 7 Representación del salto de corriente presente en la cronopotenciometría (Aradilla, 2007).....	27
Figura 8 Representación de la respuesta en corriente (Cronopotenciograma) (Bertel & Segura, 2009). .....	27

Figura 9 Representación del salto de potencial presente en la cronoamperometria (Bertel & Segura, 2009) .....	28
Figura 10 Cronoamperograma simple (Bertel & Segura, 2009) .....	29
Figura 11 Fenómenos de absorción, transmisión, reflexión de la radiación (Bertel & Segura, 2009) .....	30
Figura 12 Reflexión interna y externa usando ATR (Bertel & Segura, 2009).....	31
Figura 13 Circuito eléctrico equivalente (Johnson & Macdonald, 2005) .....	34
Figura 14 Diagrama de Nyquist de un circuito eléctrico simple (Otálora et al, 2009) ...	36
Figura 15 Diagrama de Bode y fase de un circuito equivalente sencillo (Otálora et al, 2009). .....	38
Figura 16 Disolución de PVA en agua destilada en agitador magnético. ....	41
Figura 17 Montaje para la electropolimerización .....	43
Figura 18 circuito equivalente escogido para el ajuste de los datos. ....	45
Figura 19 Distribución de los componentes del circuito equivalente. ....	45
Figura 20 Cámara de ambiente controlado (Jaramillo, 2013).....	47
Figura 21 Cronopotenciograma obtenido en la polimerizacion de la película.....	50
Figura 22 Película polimérica adherida al electrodo de trabajo .....	50
Figura 23 Cronoamperograma resultado de la polimerizacion .....	51
Figura 24 Espectroscopia IR de polipirrol .....	52
Figura 25 Espectroscopia de la película polimérica PPY-PVA-THB.....	53
Figura 26 Diagrama de Bode y Nyquist.....	54
Figura 27 Circunferencia aproximada luego del ajuste.....	55
Figura 28 Comparación grafica real con grafica ajustada.....	57

Figura 29 Evaluación de la película gráficamente .....	58
Figura 30 Formula química del agua (Jaramillo, 2013) .....	76
Figura 31 Estructura química de un hidrogel formado por la adición de Tetrahidroxiborato en polivinil alcohol (Houliston, 2009) .....	77
Figura 32 Estructura química del polivinil alcohol (Houliston, 2009) .....	78
Figura 33 Estructura química de la solución de Tetrahidroxiborato (Houliston, 2009).	78
Figura 34 Estructura química del polipirrol (Jaramillo, 2013) .....	79

## INDICE DE TABLAS

Tabla 1 Gradientes de humedad usados en el experimento .....	48
Tabla 2 Valores de R1, R2, Ytop y B .....	55
Tabla 3 Valores de los componentes eléctricos del circuito equivalente .....	56
Tabla 4 Tiempo de reacción de las películas a los gradientes de humedad .....	58
Tabla 5 Respuesta de la película polimérica a los gradientes de humedad.....	59
Tabla 6 listado de prefijos .....	74
Tabla 7 listado de abreviaturas.....	74
Tabla 8 coeficiente de idealidad de los experimentos realizados .....	81

## ANEXOS

ANEXO 1. PREFIJOS Y ABREVIATURAS USADAS.....	74
ANEXO 2. COMPONENTES USADOS EN LA SINTESIS DEL MATERIAL.....	76
ANEXO 3. COEFICIENTE DE IDEALIDAD DE LOS 32 EXPERIMENTOS.....	81

## RESUMEN

El vapor de agua presente en el ambiente resulta relevante para ciertos procesos, ya sean químicos, físicos o biológicos. Por ello, los científicos se han visto involucrados en el tema, así emerge la necesidad de desarrollar un conocimiento sustancial del fenómeno, con el fin de incorporarlo y relacionarlo con los procesos pertinentes, y de esa manera obtener cierto beneficio de ello.

En la presente tesis se ha desarrollado un nuevo material con la capacidad de responder a variaciones en el grado de humedad, desarrollado a partir de polímeros conductores (polipirrol y borato de poliol).

El desarrollo de este nuevo material comprendió una fase de elaboración de la celda electroquímica compuesta de un complejo poliol borato/polipirrol, continuando así con la síntesis electroquímica del pirrol. La segunda fase comprendió la caracterización de la muestra mediante espectroscopia de impedancia electroquímica, espectroscopia de infrarrojo y posteriormente se llevó a cabo la evaluación en cámaras de humedad variable, donde se espera observar una respuesta mecánica a las variaciones de humedad.

Se ha demostrado que el nuevo material obtenido responde satisfactoriamente a las variaciones de humedad realizadas y lo convierten en una alternativa para futuras investigaciones para ampliar el conocimiento respecto al material y en aplicaciones donde censar las variaciones del grado de humedad sea imperante, y teniendo como prioridad la utilización de insumos que impacten de manera positiva al ambiente y la contaminación sea mínima.

## **ABSTRACT**

Water vapor present in the environment is relevant for certain processes, whether chemical, physical or biological. Therefore, scientists have been involved in this subject, given the need to develop a substantial knowledge of the phenomenon, in order to incorporate and relate relevant processes, and thereby gain some benefit from it.

In this thesis has developed a new material with the ability to respond to changes in humidity, developed from conductive polymers (polypyrrole and borate polyol).

The development of this new material comprised a phase of development of the electrochemical cell composed of a borate / polyol complex polypyrrole, continuing well with the electrochemical synthesis of pyrrole. The second phase included the characterization of the sample by electrochemical impedance spectroscopy, infrared spectroscopy and then the evaluation variable humidity chambers, showing a mechanical response moisture variations.

It has been shown that the new material obtained respond satisfactorily to moisture variations turning into an alternative for future research to expand knowledge about the material and applications where census variations of moisture is prevalent, and giving priority input use that positively impact the environment and pollution is minimal.

## **OBJETIVOS**

### **GENERAL:**

- Desarrollar por cronopotenciometria de pirrol en complejo de poliol-borato un nuevo material polimérico con capacidad actuadora a los gradientes de humedad.

### **ESPECÍFICOS:**

- Elaborar un complejo de poliol borato a partir de polivinil alcohol (PVA) y Tetrahidroxiborato (THB) en concentraciones iguales para su uso como celda electroquímica.
- Sintetizar electroquímicamente el pirrol por el método de cronopotenciometria para obtener la película polimérica.
- Caracterizar la película polimérica por medio de las técnicas de espectroscopia de infrarrojo para determinar los grupos funcionales del material y espectroscopia de impedancia electroquímica para estimar la conductividad eléctrica y el valor del coeficiente de idealidad.
- Evaluar el comportamiento de la velocidad de reacción para la película polimérica en ambientes controlados de humedad con valores de 50%, 65% y 90%.

## INTRODUCCION

El desarrollo de nuevos materiales capaces de responder a cambios significativos de la cantidad de vapor de agua presente en el ambiente se ha convertido en un campo de estudio clave para el desafío actual de registrar y controlar de una manera más eficiente, a menor precio y con el menor grado de impacto ambiental la humedad. Dentro de dichos desarrollos, la evolución de los polímeros conductores ha jugado un papel importante en la creación de materiales sensibles a cambios de humedad a un bajo costo y menor peso comparado con materiales metálicos usados para tal fin.

Los polímeros conductores muestran una gran versatilidad para aplicaciones tecnológicas: pueden ser usados como materiales electro crómico en sensores, en microelectrónica y como electrodos en baterías, entre otras (Barja *et al*, 2013; Jaramillo, 2013). Además de ser buenos conductores iónicos y eléctricos (Choy, 2003), poseen bajos costos de elaboración, son inertes al medio circundante, resistentes a las condiciones corrosivas del ambiente y son muy delgados facilitando su uso en tamaños reducidos (Fernandez, 2003).

Uno de los polímeros conductores más estudiados por su alta estabilidad, propiedades de dilatación y contracción, y su uso en sistemas micro electromecánicos es el polipirrol, gracias a sus buenas propiedades conductivas, su fácil obtención sobre superficies de metales activos y su separación simple lo hacen el insumo ideal para el desarrollo de materiales con capacidad actuadora a gradientes de humedad (Arrieta *et al*, 2009; Mingming, 2013)

El propósito principal de este trabajo es el desarrollo de un material a partir de polipirrol electro polimerizado en presencia de un complejo de poliol borato mediante la técnica



electroquímica de cronopotenciometría a intensidad de corriente constante, que sea capaz de reconocer las variaciones del porcentaje de humedad surgidas en el ambiente y responder mediante movimiento de la película.

La primera tarea a realizar consiste en elaborar un complejo de poliol borato a partir de PVA (Polivinil Alcohol) y THB (Tetrahidroxiborato) en concentraciones iguales, luego se suministra pirrol y se procede a electro polimerizar.

La película polimérica es analizada mediante espectroscopia de impedancia electroquímica para determinar el valor de la conductividad eléctrica y el coeficiente de idealidad a fin de comparar estos parámetros y caracterizar el material.

Se ha comprobado que en materiales compuestos que reaccionan a las interacciones con vapor de agua se registra la presencia de grupos funcionales  $-OH$  y que la creación de puentes de hidrogeno permite la reacción del material a vapor de agua, por tal razón mediante la técnica de espectroscopia de infrarrojo se realiza un barrido a fin de determinar si los grupos funcionales que permiten la respuesta a los gradientes de humedad están presentes en el material a fin de catalogar el mismo.

El material es sometido a una evaluación de su capacidad actuadora, con el fin de determinar el tipo de respuesta a las variaciones de humedad, esta capacidad actuadora será medida en función del tiempo de reacción que posee el nuevo material a variación de humedad.

Aunque el estudio de este tipo de materiales lleva varios años, la incursión en este campo de estudio en Colombia es reciente y muy pobre en cuanto a investigaciones se refiere, es por esto que el presente proyecto pretende introducir en mayor escala al país y a la Universidad de Córdoba en el estudio de nuevos materiales como desarrollo de nuevas tecnologías.

## **1. REVISION LITERARIA.**

### **1.1. POLÍMEROS**

Los polímeros se definen como una macromolécula que resulta de la repetición de unidades monoméricas unidas covalentemente entre sí a lo largo de su estructura (Arribas, 1991), estos pueden ser de origen natural o sintético, destacando la utilización de polímeros naturales tales como la celulosa, la lana y la seda, los cuales a pesar de ser de uso diario pocas personas los conocen como polímeros y mucho menos conocen su estructura. Los polímeros sintéticos son aquellos que se obtienen mediante reacciones químicas o electroquímicas tales como el PVC, poliéster, polietileno, entre otros (Jaramillo, 2013).

### **1.2. POLIMEROS CONDUCTORES**

Los polímeros pueden ser dopados al igual que los semiconductores, mediante la adición de pequeñas cantidades de ciertos átomos que alteran sus propiedades físicas, formando así una tendencia conductora (Bertel & Segura, 2009). El surgimiento de polímeros conductores hizo necesaria una clasificación de estos con base en estudios de conducción eléctrica realizados en estos, demostrando en primera instancia los llamados “polímeros conductores extrínsecos” que se refieren mayormente a termoplásticos con una carga que usualmente es negro de humo y los “conductores intrínsecos” cuyas moléculas conducen electricidad (Choy, 2003). En este sentido los polímeros conductores se forman por largas

cadena de doble enlaces carbonados alternando con enlaces sencillos a lo largo de su estructura; Cuando se extrae un electrón de uno de estos dobles enlaces se genera un radical catión, también llamado polaron, y al seguir oxidando se puede arrancar un segundo electrón para formar un dicatión, o bipolaron, que es muy estable (Jaramillo, 2013), en la Figura 1 se muestra la estructura de un polaron y un bipolaron.

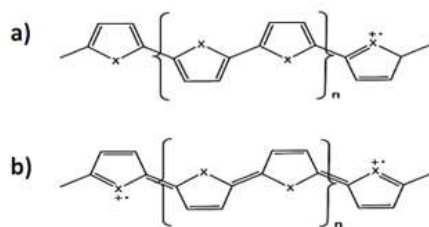


Figura 1 A) Polaron B) Bipolaron (Jaramillo, 2013)

La carga positiva resultante por la formación del polaron o bipolaron puede desplazarse por la cadena pasando de un doble enlace a otro conduciendo de este modo la electricidad (Ovando *et al*, 2010). Los polímeros conductores más comunes son derivaciones de las familias de poliacetileno, politiofeno, polianilina, polipirrol cuyas estructuras se presentan en la figura 2.

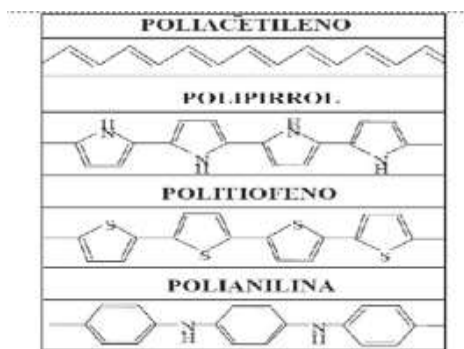


Figura 2 Configuración de los polímeros conductores más comunes (Bertel & Segura, 2009)

### 1.3. SINTESIS DE POLIMEROS

La síntesis es el proceso en el cual a partir de un monómero podemos crear un polímero (Arribas, 1991) y existen diversos métodos de síntesis entre los que se mencionan:

- Por Síntesis directa
- Por oxidación química del monómero
- Por oxidación electroquímica
- Por oxidación en plasma
- A partir de precursores
- Pirolisis parcial de polímeros conductores.

Debido a la naturaleza de esta investigación y a que este fue el método usado en esta, el marco referencial se basará en la síntesis electroquímica.

#### 1.3.1. SINTESIS ELECTROQUIMICA

Para la síntesis electroquímica de un polímero se hace necesario el uso de una celda electroquímica la cual se muestra esquemáticamente en la figura 3.

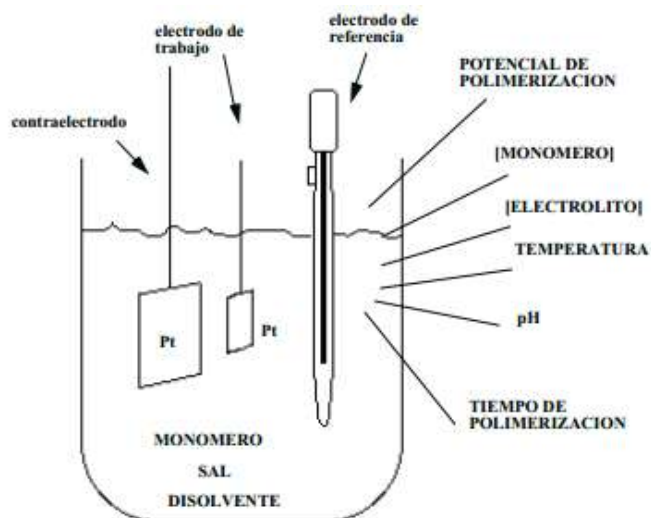


Figura 3 Representación esquemática celda electroquímica (Fernández, 2003)

Como se aprecia en la figura 3, la celda contiene un volumen de disolución compuesto por un monómero, una sal y un disolvente. Durante el proceso de síntesis la celda contendrá un electrodo de trabajo, un contra electrodo y en algunas ocasiones un electrodo de referencia. Al pasar un flujo de corriente por el electrodo, usándolo como ánodo, este se recubrirá del polímero, el electrodo de referencia es usado para polimerizaciones a potencial de trabajo constante, esto es posible conforme a que el electrodo de referencia fija el potencial del electrodo de trabajo con respecto al potencial de equilibrio de la referencia (Cotarelo, 2008).

La generación del polímero por medio de síntesis electroquímica se da sobre al ánodo (electrodo de trabajo), esto ocurre gracias al flujo de corriente que pasa por medio del electrodo de trabajo y a través de la disolución en la celda electroquímica (disolvente-electrolito-monómero); estos polímeros electrogenerados se caracterizan por conductividades eléctricas altas y dicha conductividad es intrínseca al polímero (Mañogil, 2007).

Las ventajas de la polimerización electroiniciada o electropolimerización es el tiempo que se demora el proceso de síntesis, apenas unos segundos después del inicio del flujo de corriente anódica (electrodo de trabajo funciona como ánodo) el electrodo de trabajo se recubre con una película polimérica (Arribas, 1991); la segunda ventaja es que el proceso tecnológicamente no es restrictivo, es posible trabajar con los monómeros en soluciones acuosas a temperatura y presión atmosférica, aunque en el caso de requerir una aplicación específica será necesario el requerimiento de una atmosfera inerte (Arias, 2007).

A pesar de lo sencillo que parece la electropolimerización, se puede volver un poco complejo, puesto que al sintetizar el mismo monómero en disolventes diferentes, o

empleando distintos electrolitos pueden obtenerse distintos resultados, como productos no poliméricos, películas poliméricas con distintas propiedades a la necesaria, entre otros (Fernandez, 2003), análogamente ocurre lo mismo si los materiales que se usan como electrodos varían.

#### **1.4. CAPACIDAD ACTUADORA EN POLIMEROS**

La capacidad actuadora en los polímeros se refiere a la capacidad de responder a estímulos externos que poseen algunos polímeros, ya sea generando movimiento, calor o simplemente cambiando sus propiedades ópticas (Martinez & Fernandez, 2014); recientemente se ha explorado la posibilidad de desarrollar nuevos materiales que puedan transformar energía eléctrica en energía mecánica para utilizarlos en un gran rango de aplicaciones, como son la robótica, prótesis, dispositivos médicos y sistemas electromecánicos (Terasawa *et al*, 2014), incursionando a su vez en la investigación en polímeros que sean capaces de generar movimiento debido a estímulos distintos a los eléctricos como la temperatura, cambios de presión y cambio de humedad (Mingming *et al*, 2013).

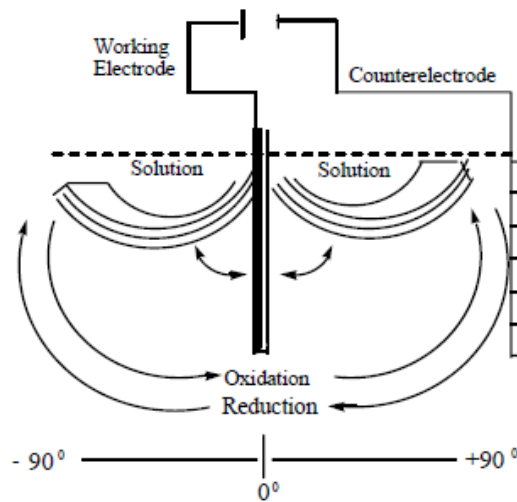
##### **1.4.1. ACTUADORES POLIMERICOS**

En un inicio se investigó como desarrollar actuadores poliméricos con la capacidad de generar movimiento gracias a pulsos eléctricos, para así demostrar su uso como músculos artificiales o prótesis electromecánicas. Es gracias a estas investigaciones que se desarrollaron películas poliméricas que experimentan una variación de volumen debido a pulsos eléctricos (Cortez, 2002).

Los actuadores poliméricos desarrollados actualmente deben tener al menos una variación de volumen en una solución acuosa debido a estímulos eléctricos (Martínez *et al*, 2012),

para poder emular así los movimientos de los músculos de los seres humanos que no son más que dispositivos electro-químico-mecánico (dispositivo que gracias a una señal eléctrica produce una serie de reacciones químicas que producen trabajo mecánico) (Guyton, 2001); esta variación de volumen se basa en el proceso de óxido-reducción que se lleva a cabo en el proceso electroquímico y puede ser explicado de una forma simple como el intercambio de iones entre el polímero y el disolvente debido a distintas corrientes anódicas o catódicas (Valero *et al*, 2010), dichos procesos influyen a su vez en la velocidad del movimiento del material final.

En las últimas décadas se han trabajados en distintos tipos de actuadores y con distintas disposiciones, se ha logrado desarrollar tricapas con polipirrol y un biopolímero conductor de almidón de yuca como lo indican Bertel & Segura (2009) y bicapas de polipirrol/películas no conductoras como el que se aprecia en la figura 4.



*Figura 4 Esquema macroscópico del movimiento de un músculo bicapa en un medio acuoso (Fernández, 2003)*

Los ejemplos descritos anteriormente obtienen movimiento gracias a pulsos eléctricos, aunque recientemente se ha encontrado que los polímeros “inteligentes” no solo

responden a pulso eléctricos puesto se han encontrado nuevos materiales poliméricos que pueden imitar comportamientos naturales con estímulos diferentes a pulsos eléctricos, tales como películas poliméricas que responden a cambios de temperatura o materiales que a gradientes de humedad producen movimiento lo cual puede tener aplicaciones en ámbito de la biología y la medicina (Barja *et al* 2013; Mingming *et al* 2013).

#### **1.4.2. ACTUADORES POLIMERICOS CON CAPACIDAD ACTUADORA A GRADIENTES DE HUMEDAD.**

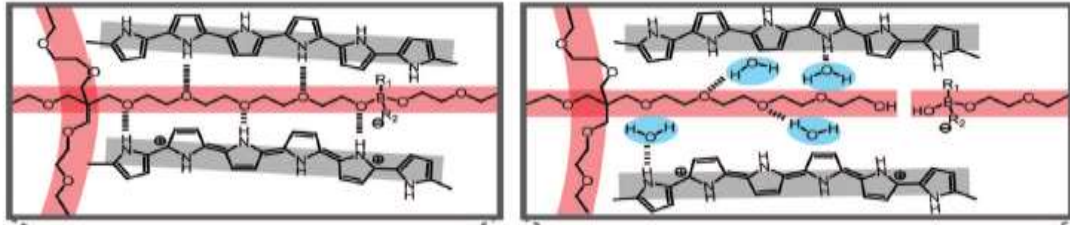
Los avances en los actuadores poliméricos capaces de responder a gradientes de humedad han sido pocos, puesto que fue hasta las últimas décadas que se empezaron a realizar estudios de actuadores que respondieran a estímulos distintos a los eléctricos; sin embargo los pocos avances que existen representan un nuevo margen de estudio en el mundo de los materiales inteligentes.

Las primeras investigaciones en este tipo de actuadores se basó en hidrogeles que respondieran a gradientes de agua en el ambiente, pero se notó que estos eran de acción lenta, tenían menos generación de estrés y menos estabilidad que las fibras musculares humanas (Sidorenko *et al*, 2007), por tal motivo se incursiono en la aplicación de polímeros con mayor generación de estrés, más estables y que a su vez tuviera la capacidad de absorber agua como el polipirrol.

Aprovechando la capacidad de diversos hidrogeles de absorber agua pero con poca estabilidad, se pensó en incorporar a hidrogeles polímeros más estables para la generación de películas poliméricas capaces de responder a gradientes de agua; es así como se han realizado investigaciones con polipirrol (polímero conductor) como matriz rígida y polio-borato (hidrogel) como matriz dinámica para el desarrollo de actuadores capaces de

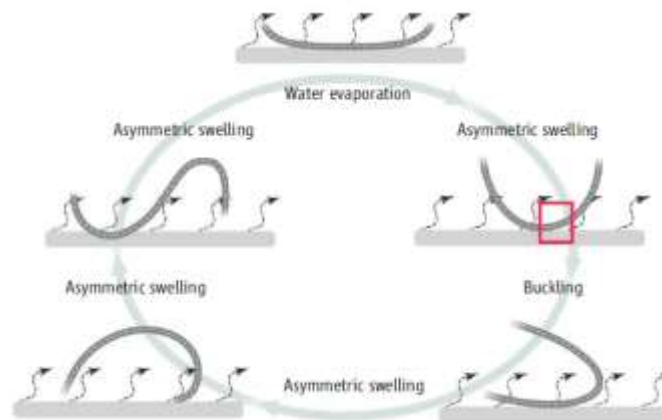


responder a gradientes de humedad (Mingming *et al*, 2013), estudios que se han adelantado en el Instituto Técnico de Massachusetts (MIT).



*Figura 5 Película compuesta de polipirrol-poliol borato y cambio de estructura absorbiendo agua (Mingming et al, 2013)*

Como se aprecia en la figura 5, una película compuesta con los polímeros polioliol-borato/polipirrol la estructura química de esta cambia con la absorción y desorción del agua, lo cual se ve reflejado en la película polimérica en un movimiento el cual se detalla en la figura 6.



*Figura 6 Movimiento continuo de un actuador respondiendo a la absorción y desorción de agua (Hyoki & Sunghoon, 2013)*

En la figura 6 se observa el continuo movimiento de un material compuesto de polioliol-borato/ polipirrol, en esta se detalla como es el movimiento de la película cuando esta

accionado por la energía de un gradiente de agua; cuando el actuador se coloca sobre una superficie mojada, la superficie inferior de este absorbe mayor cantidad de agua que la superficie superior, causando un ciclo de hinchazón asimétrica, pandeo y posterior evaporación causando así el movimiento del actuador polimérico (Hyoki & Sunghoon, 2013).

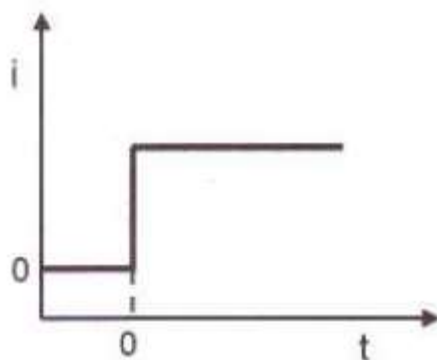
## **1.5. TECNICAS ELECTROQUIMICAS**

Existen diversas técnicas electroquímicas para generar, medir propiedades o caracterizar los nuevos materiales; debido a que no se desea la destrucción de las películas poliméricas se hace necesario el uso de técnicas electroquímicas no destructivas que puedan arrojar datos característicos del polímero (Arribas, 1991).

### **1.5.1. CRONOPONTECIOMETRIA**

La cronopotenciometria es una de las técnicas de mayor uso en el ámbito de generación de películas poliméricas, no obstante algunos autores han usado esta técnica para producir movimiento en músculos artificiales y/o caracterizarlos (Bertel & Segura, 2009); en el presente proyecto esta técnica se usa para la electropolimerización de pirrol en complejo polioliol-borato

El uso de esta técnica se ha popularizado debido a su simplicidad puesto que en esta solo se toma como señal de excitación un salto de corriente o una corriente constante entre el electrodo de trabajo y el contraelectrodo como se esquematiza en la figura 7 (Aradilla, 2007). La corriente puede ser positiva oxidando el monómero o negativa si se requiere la reducción del mismo (Bertel & Segura, 2009).



*Figura 7 Representación del salto de corriente presente en la cronopotenciometria (Aradilla, 2007)*

La figura 7, muestra el salto de corriente que se da en la cronopotenciometria, la respuesta de esta técnica es una gráfica que se llama Cronopotenciograma y estos diagramas pueden ser de intensidad de corriente vs tiempo o de Potencial vs tiempo, en la figura 8 observamos un Cronopotenciograma simple.

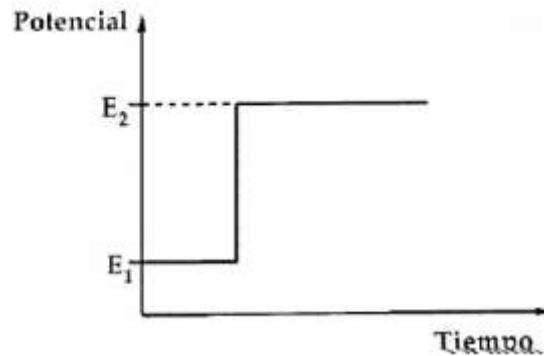


*Figura 8 Representación de la respuesta en corriente (Cronopotenciograma) (Bertel & Segura, 2009).*

### **1.5.2. CRONOAMPEROMETRIA**

Es conocida como la técnica electroquímica más sencilla y más usada en la electropolimerización, esta consiste en pasar de un potencial inicial  $E_1$  hasta un potencial

inicial  $E_2$  casi instantáneamente dando una gráfica parecida a una “gráfica escalón” como se ve en la figura 9.



*Figura 9 Representación del salto de potencial presente en la cronoamperometria  
(Bertel & Segura, 2009)*

A pesar de que esta técnica tiene diversas aplicaciones esta es mayormente usada para la polimerización electroiniciada, donde es necesario una celda con una disolución formada por un disolvente, una sal y un monómero (Bertel & Segura, 2009).

Cuando ocurre el salto de potencial desde  $E_1$  hasta  $E_2$ , si  $E_1 < E_2$  tiene lugar una oxidación por la polarización anódica en el electrodo y si  $E_1 > E_2$  tiene lugar una reducción por la polarización catódica en el electrodo (Aradilla, 2007); la respuesta de la cronoamperometria se evidencia en diagramas de intensidad vs tiempo los cuales se llaman cronoamperograma como el que se ve en la figura 10.

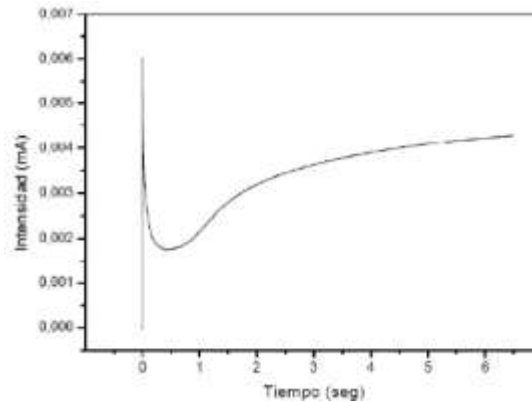


Figura 10 Cronoamperograma simple (Bertel & Segura, 2009)

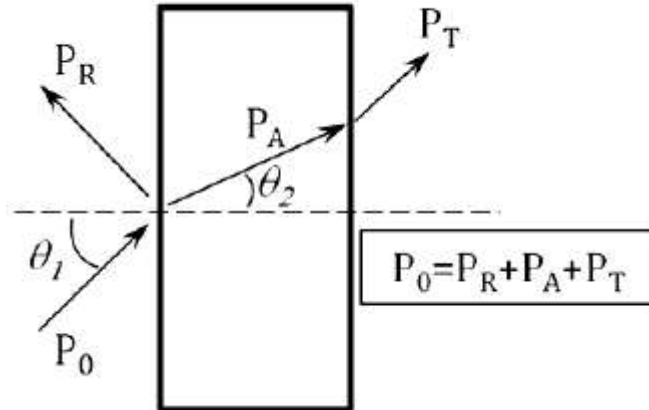
## 1.6. ESPECTROSCOPIA

### 1.6.1. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO

El constante avance en las investigaciones ha permitido contar con distintas maneras de caracterizar líquidos, sólidos y gases, siendo una de las más comunes y simple la espectroscopia infrarrojo la cual en el presente proyecto se usa para determinar los principales grupos funcionales presentes en la película polimérica.

La espectroscopia de infrarrojo como su nombre lo indica es aquella que trata con la zona infrarroja del espectro electromagnético, considerando infrarrojo el intervalo comprendido entre  $4 \times 10^{14}$  Hz y  $3 \times 10^{11}$  Hz ( $0,75 \mu\text{m}$  a  $1 \text{mm}$ ;  $1; 7 \text{eV}$  a  $10^{-3} \text{eV}$ ) (Bertel & Segura, 2009).

La interacción que ocurre entre la radiación electromagnética y la materia produce energía y esta puede producir dos fenómenos diferentes que pueden ser la absorción o dispersión, en general ocurren simultáneamente y a la pérdida global de la intensidad ( $P_0$ ) de la onda incidente se le designa extinción (Cabrera *et al*, 1993).



*Figura 11 Fenómenos de absorción, transmisión, reflexión de la radiación (Bertel & Segura, 2009)*

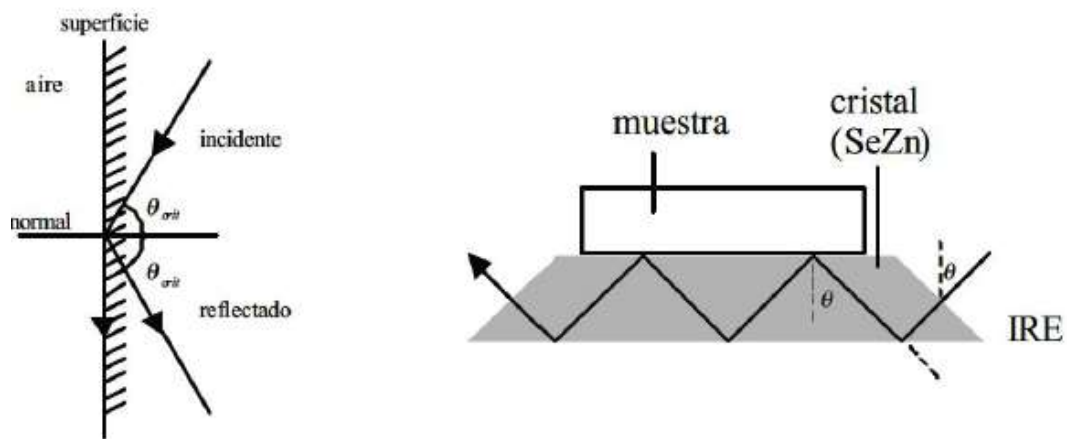
Como se observa en la figura 11, La intensidad de luz ( $P_0$ ) causada por la radiación incidente en la muestra (liquida, solida) sufre fenómenos de transmisión, la cual se ve en la intensidad de radiación transmitida por la muestra ( $P_T$ ), siendo esta intensidad menor que  $P_0$ , a su vez ocurre el fenómeno de absorción que es la radiación absorbida por la muestra ( $P_A$ ) y por ultimo fenómeno de reflexión que es la parte de radiación que se refleja de la muestra ( $P_R$ ) (Castro, 2008).

Como se observa en la figura 11, el espectro de transmisión a través de la muestra  $P_A$  es el principio base en la espectroscopia de infrarrojo, ahora la absorbancia que es la intensidad de la luz absorbida por la muestra se calcula como la fracción de la radiación ( $P_T/P_0$ ) o transmitancia ( $T$ ) y está dada por la ecuación 1.

*Ecuación 1 Absorbancia en funcion de la transmitancia (Bertel & Segura, 2009)*

$$A = -\ln T = \ln \left( \frac{P_0}{P_T} \right)$$

Existe un tipo de medida en la espectroscopia de infrarrojo que se conoce como ATR (refractividad total atenuada o attenuated total reflectance en inglés) la cual se basa en el principio de la reflexión total interna y la transmisión de la luz a través de un cristal con un elevado índice de refracción (Mila, 2007). La radiación penetra más allá de la superficie del cristal donde se produce la reflexión total, en forma de onda evanescente. Si en el lado exterior del cristal se coloca un material absorbente (muestra), la luz que viaja a través del cristal se verá atenuada (de ahí el nombre de la técnica) y se puede registrar el espectro de la muestra (Bertel & Segura, 2009), esto se observa claramente en la figura 12.



*Figura 12 Reflexión interna y externa usando ATR (Bertel & Segura, 2009)*

### 1.6.2. IMPEDANCIA

La aparición de circuitos electrónicos suficientemente rápidos y sensibles para generar y analizar una señal de frecuencia y fase variable sentaron las bases para el origen de la técnica de Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS). Esta técnica es relativamente nueva, registrando sus primeras aplicaciones en la caracterización de materiales durante el periodo comprendido entre finales de los años sesenta y principios

de los setenta. Es una técnica no destructiva cuando se trabaja en estados de equilibrio, es altamente sensible a variaciones en el sistema y permite caracterizar las propiedades de los materiales y sistemas electroquímicos asociadas a dichas variaciones, en el presente proyecto la impedancia se usa para determinar el coeficiente de idealidad y el valor de conductividad de la película polimérica (Vázquez Gutiérrez, 2006).

La técnica se fundamenta en someter al material de estudio a una perturbación sinusoidal de potencial eléctrico de frecuencia variable y registrar las variaciones de corriente dentro de una celda electroquímica. La impedancia se define como el cociente entre el potencial aplicado y la intensidad medida a la salida (Johnson & Macdonald, 2005). En muchos materiales y sistemas electroquímicos la impedancia varía con la frecuencia del potencial aplicado de tal forma que se encuentra ligada con las propiedades de dichos materiales. Esto debido a las características físicas del material, a los procesos electroquímicos que tengan lugar, o una combinación de estos. Si se realiza una medida de los valores de impedancia como una respuesta del sistema y son representados en ejes de acuerdo a rangos adecuados es posible relacionarlos con las propiedades físicas y químicas de los materiales y el sistema electroquímico en cuestión (Juttner, 1999).

A partir de las mediciones de amplitud y fase de la respuesta, es posible obtener la impedancia de transferencia del material estudiado ( $Z$  (ohm)) como se observa en la ecuación 2. La corriente resultante posee la misma frecuencia que el potencial aplicado pero diferente magnitud y fase (Johnson & Macdonald, 2005).

*Ecuación 2 Calculo de la Impedancia (Johnson & Macdonald, 2005)*

$$Z = \frac{E_0}{I_0} = \frac{E_0}{I_0} \frac{\text{Sen}(\omega t)}{\text{Sen}(\omega t + \varphi)} = Z_0 \frac{\text{Sen}(\omega t)}{\text{Sen}(\omega t + \varphi)}$$



Donde,  $E_0$  es el potencial (mV),  $I_0$  es la corriente (mA),  $\omega$  frecuencia angular (rad/s) y  $\varphi$  el ángulo de fase.

Existen dos formas de representar de manera gráfica los resultados de impedancia obtenidos de un ensayo de EIS:

- Diagrama de Nyquist, característico por la representación de la componente imaginaria ( $Z''$ ) multiplicada por -1, frente a la componente real ( $Z'$ ) de la impedancia. Es el sistema de representación de mayor uso y la información obtenida de este depende de las características adoptadas por los espectros.
- Diagrama de Bode, característico por la representación del logaritmo del módulo de la impedancia ( $\log [Z]$ ) y el fase ( $\varphi$ ) en función del logaritmo de la frecuencia ( $\log [\omega]$ ). La información obtenida del comportamiento del sistema a partir de esta representación está definida en función de la frecuencia de análisis.

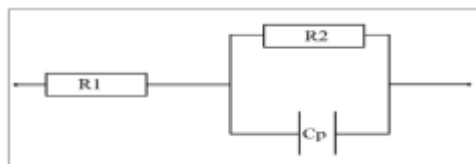
Se dispone de varias técnicas para la obtención del espectro de impedancias. El método más preciso para medir impedancias es la técnica de correlación de una onda seno, que mide una frecuencia cada vez y el espectro se construye barriendo la frecuencia de la señal aplicada. La señal medida se multiplica con una onda seno y una onda coseno de referencia obtenida del generador e integrada sobre el total del número de ciclos. El uso de esta forma de trabajo reduce significativamente el ruido aleatorio y las respuestas armónicas. Los barridos de medidas automáticos se producen fácilmente utilizando un control por microprocesador (Vázquez Gutiérrez, 2006).

Para realizar la interpretación de un espectro de impedancias se requiere el ajuste de datos experimentales a partir de un apropiado circuito eléctrico equivalente. A través del

modelo, las medidas obtenidas pueden relacionarse con las características físicas del material y el comportamiento químico del sistema, la información obtenida del ajuste abarca información acerca de la resistencia de la disolución, la resistencia del material y el comportamiento de la interfaz material/electrolito. Según el modelo de ajuste propuesto y la forma de proponerlo se puede obtener información de los parámetros característicos del mismo.

Como cualquier función de transferencia de un sistema en cuestión, existen dos formas de abordar la obtención del modelo para ajustar los datos experimentales:

- Mediante un planteamiento teórico, la proposición de una hipótesis de los que se asume está sucediendo. A partir de esta hipótesis se propone un modelo teórico, y con los datos experimentales se pretende hallar los valores de los parámetros del modelo, y que a su vez puede guardar relación con las propiedades físicas y químicas del sistema (Herting *et al*, 2006).
- Mediante un modelo experimental, el sistema electroquímico se considera una caja sellada, que se utiliza para predecir su posible comportamiento futuro. Habitualmente este tipo de modelo suelen ser circuitos eléctricos cuyas respuestas equivalen al comportamiento de los datos experimentales. Si la amplitud de la perturbación es pequeña, el sistema se considera lineal y puede ser modelado a partir de una secuencia de circuitos equivalentes sencillos como se aprecia en la figura 13 (Johnson & Macdonald, 2005).



*Figura 13 Circuito eléctrico equivalente (Johnson & Macdonald, 2005)*

El circuito eléctrico presentado en la figura 13, corresponde al más sencillo al cual es posible ajustar los datos experimentales, cuando solo es tomada en cuenta la transferencia de carga. En este caso la función de transferencia teórica ( $Z(\omega)$ ), es representada mediante una combinación de elementos eléctricos, en este caso una resistencia  $R_1$  en paralelo con una capacitancia  $C_p$ , estos a su vez en serie con otra resistencia  $R_2$ .

La expresión que representa la impedancia del circuito es:

*Ecuación 3 Impedancia del circuito eléctrico equivalente (Otálora et al, 2009)*

$$Z = R_1 + \frac{R_2}{1 + 2\pi f R_2 C_p i}$$

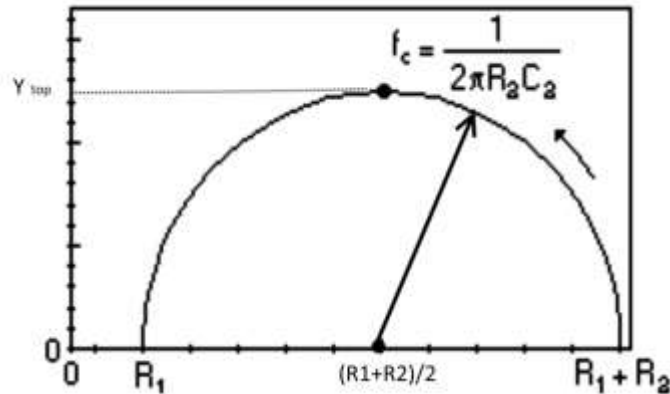
Donde,  $R_1$  (ohm) representa la resistencia del electrolito, cuyo valor puede ser obtenido a frecuencias altas.  $R_2$  (ohm) es el valor de la resistencia de carga, asociada al material de análisis.  $C_p$  es el valor de la capacitancia de la doble capa, y el valor de esta se asocia con las interacciones entre la interfaz electrodo/electrolito. Además  $f$  es la frecuencia (Hz) e  $i$  la unidad imaginaria (Johnson & Macdonald, 2005).

Para sistemas más complejos se pueden proponer circuitos más complicados, de tal manera que se pueda satisfacer la necesidad de describir el comportamiento del sistema electroquímico en cuestión.

A partir del circuito eléctrico dado en la figura 13 es posible representar de diversas formas los parámetros obtenidos en los experimentos de EIS.

A partir de la ecuación 3, se deduce que  $Z(\omega)$  tiene componente real y componente imaginaria, es decir,  $Z(\omega) = a + bi$  (donde  $a$  es la parte real y  $b$  es la parte imaginaria). Si se representa la parte imaginaria ( $b$ ) con signo negativo en función de la parte real ( $a$ ) se obtiene el diagrama de Nyquist mostrado en la figura 14. Es la forma de representación más usada y la información obtenida se basa en la forma de los espectros. Cada punto

sobre el diagrama de Nyquist representa el valor de la impedancia a una determinada frecuencia. Los datos a bajas frecuencias se encuentran en la parte derecha del diagrama, mientras que a la izquierda están los datos de alta frecuencia.



*Figura 14 Diagrama de Nyquist de un circuito eléctrico simple (Otálora et al, 2009)*

Esta representación permite identificar diferentes parámetros obtenidos en el ensayo EIS. De los cortes con el eje real puede obtenerse el valor de la resistencia eléctrica del electrolito de trabajo y la resistencia del material de análisis, del valor de la frecuencia en el punto máximo se puede determinar el valor de la capacitancia de la doble capa (interfaz electrodo/electrolito). A partir de estos parámetros pueden efectuarse comparaciones y estimaciones del comportamiento del material frente a fenómenos como la corrosión.

En muchos sistemas reales el diagrama de Nyquist contiene en vez de un semicírculo centrado en el eje real, un arco de circunferencia con el centro por debajo del eje real, lo cual está atribuido a las características físicas del material entre las que se encuentra la rugosidad, la falta de homogeneidad y el acabado superficial del sólido (Juttner, 1999). Para tener en cuenta el desfase independiente de la frecuencia entre el potencial alterno su respuesta en corriente, se emplea un elemento de fase constante (CPE por sus siglas

ingles de Constan Phase Element), el CPE se define en representación de impedancia como:

*Ecuación 4 Representación del elemento de fase constante (Juttner, 1999)*

$$Z(\omega) = Z_0(\omega i)^{-n}$$

Donde  $Z_0$  es el CPE,  $\omega$  es la frecuencia angular y  $n$  el coeficiente de idealidad. Dependiendo de  $n$  el CPE puede representar una resistencia ( $n=0$ ), una capacitancia ( $n=1$ ) o una inductancia ( $n=-1$ ) o una impedancia de Warburg ( $n=0.5$ ). La impedancia de Warburg corresponde a un defecto en la superficie caracterizado por un pequeño agujero de forma cilíndrica en la superficie del material.

Por tanto el uso del elemento de fase constante asegura que el ajuste de los datos experimentales mediante el circuito sea lo más acertado a la realidad. Estos elementos son indicativos de la cinética electroquímica y de las limitaciones difusivas.

La gran mayoría de autores aseguran que emplear el CEP para modelar la dispersión de frecuencias permite incluir diversos fenómenos físicos, tales como la heterogeneidad superficial resultante de la rugosidad superficial, la presencia de impurezas, dislocaciones en la frontera superficial, fractalidad, distribución de focos activos, absorción de inhibidores o formación de capas porosas (Herting *et al*, 2006).

Los resultados también pueden ser interpretados mediante los diagramas de Bode como se observa en la figura 15, donde la magnitud de la impedancia  $[Z]$  y el desfase ( $\varphi$ ) se representan en función de la frecuencia ( $f$ ). En este tipo de representaciones es posible detectar regiones que son altamente resistivas tales como R1 (Resistencia del electrolito) y R2 (Resistencia del material), en las cuales se observa una pendiente cero, y regiones altamente capacitivas con una pendiente de valor -1. Un caso ideal de análisis del

diagrama, mediante la observación del trazo generado por el desfase y la frecuencia, se determina el pico máximo  $f_{\max}$ , esta es la frecuencia en la cual el desfase de entre elementos resistivos y capacitivos es máximo (Johnson & Macdonald, 2005). Para poder obtener buenos resultados se hace necesario trabajar en un rango de frecuencias muy dinámico, de un mínimo de 7 décadas, con un límite inferior sumamente bajo alrededor de 1mHz. Esto implica que la duración de los ensayos aumente y es necesaria la manipulación matemática por transformadas de Fourier (FFT) superponiendo frecuencias (Otálora et al, 2009).

A demás de obtener los parámetros antes mencionados, la EIS permite obtener otros tras un proceso de calibración a través de patrones conocidos. Entre los patrones que pueden ser mensurados se destacan el área de la probeta, existencia de capas superficiales así como espesor y características, formación de picaduras y procesos de degradación, etc. Diversas aplicaciones industriales hacen uso de esta prueba para el control de calidad de materiales recubiertos de capas de pintura o dieléctricos, y su comportamiento en medios corrosivos (Mansfeld, 1995).

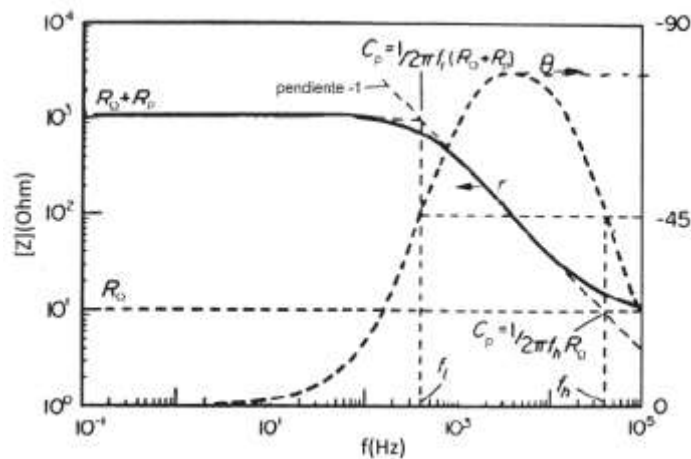


Figura 15 Diagrama de Bode y fase de un circuito equivalente sencillo (Otálora et al, 2009).

## **2. MATERIALES Y METODOS**

A continuación se hará detalle en la metodología usada en el desarrollo de un nuevo material con capacidad actuadora a gradientes de humedad; para tender esta investigación fue necesario el empleo de una gama de materiales y reactivos de laboratorio, así como el uso de una serie de equipos que van desde los básicos hasta los más especializados<sup>1</sup>.

### **2.1. REACTIVOS**

Los reactivos utilizados para obtener las películas capaces de responder a gradientes de humedad fueron:

- Poli vinil alcohol (PVA ) (99% de pureza)
- Tetrahidroxiborato (THB) (99% de pureza)
- Pirrol (98% de pureza)
- Perclorato de litio (Sal-LiCLO<sub>4</sub> )

### **2.2. DESARROLLO EXPERIMENTAL**

Durante el desarrollo experimental de la investigación se realizaron 32 experimentos en donde las variables más importantes en la síntesis electroquímica de la película polimérica fueron modificadas en diferentes rangos, estas variables son:

---

<sup>1</sup> En el anexo 2 se detallan a profundidad los componentes usados en la síntesis de la película polimérica.

- Para los reactivos Poli vinil alcohol y Tetrahidroxiborato, manteniendo siempre una relación de volumen de 4:1 respectivamente y tomando valores iguales de concentración para cada prueba se determina la sucesión de valores 0.2% m/v y 0.4% m/v.
- Para la concentración del reactivo pirrol se determinaron valores de 0.2M (1390  $\mu$ l) y 0.4M (2090  $\mu$ l).
- Para la concentración de perclorato de litio  $\text{LiClO}_4$  se determinaron valores de 0.01M y 0.02M.
- Para la intensidad de corriente y el tiempo de electropolimerización se determinaron valores de (0.9mA y 1.0mA) y (15000s y 20000s) respectivamente.

Sin embargo los datos y resultados plasmados en el presente documento solo corresponden al análisis de la muestra que manifestaba el mejor grado de polimerización, un menor grado de porosidad y un mayor grado de homogeneidad y consistencia (Coeficiente de idealidad)<sup>2</sup>. En dicho experimento las variables usadas en su síntesis se detallan a continuación:

- PVA y THB al 0.2% m/v manteniendo una relación volumétrica de 4:1
- Pirrol al 0.4M
- Perclorato de litio al 0.01M
- Densidad de corriente en electropolimerización de 0.8mA
- Tiempo de polimerización correspondiente a 20000 segundos

---

<sup>2</sup> En el anexo 3 se muestran los 32 experimentos con sus variables y el coeficiente de idealidad (n) de cada uno encontrado con la espectroscopia de impedancia



### 2.2.1. MONTAJE DE CELDA ELECTROQUIMICA

Inicialmente se realizó un protocolo de limpieza y puesta a punto de los materiales utilizados, donde se procedió a limpiar con jabón y enjuagar con agua destilada Beakers de 50ml y balones volumétricos aforados de 50ml. El electrodo de trabajo (Platino) y el electrodo auxiliar (Acero inoxidable) fueron pulidos con papel de lija #600 realizando pasos perpendiculares para luego ser lavados con jabón y enjuagados con agua destilada. Para la realización de la solución de PVA, se diluyó poli vinil alcohol (PVA) en 50 ml de agua destilada, para obtener dicha disolución se pesaron en la balanza analítica OHAUS-Pa214 0.1202 g de PVA para así obtener una concentración de 0.2% m/v, posteriormente se procedió a añadir agua destilada a Beakers de 50ml (Los cuales contienen la cantidad pesada de PVA) hasta alcanzar el volumen de 50 ml. Continuando con el proceso se empezó a homogeneizar la mezcla utilizando un agitador magnético VELP SCIENTIFICA y calentando la muestra por debajo de 80°C durante 25 minutos como muestra la figura 16, la dilución obtenida fue enfriada hasta la temperatura ambiente de 25°C (Mohd *et al*, 2008).



*Figura 16 Disolución de PVA en agua destilada en agitador magnético.*

En paralelo al procedimiento anterior se realizó la solución de THB, en primer lugar se diluyó Tetrahidroxiborato (THB) en 50 ml de agua destilada. Para obtener dicha disolución se pesaron en la balanza analítica 0.2390 g de THB para obtener la concentración de 0.2% m/v luego se adicionaron las muestras en balones volumétricos de 50 ml y se añadió agua destilada a cada recipiente en un volumen de 50 ml. Se procedió a homogenizar la mezcla utilizando un agitador por ultrasonido durante 45 minutos, luego la dilución obtenida fue enfriada a temperatura ambiente de 25°C.

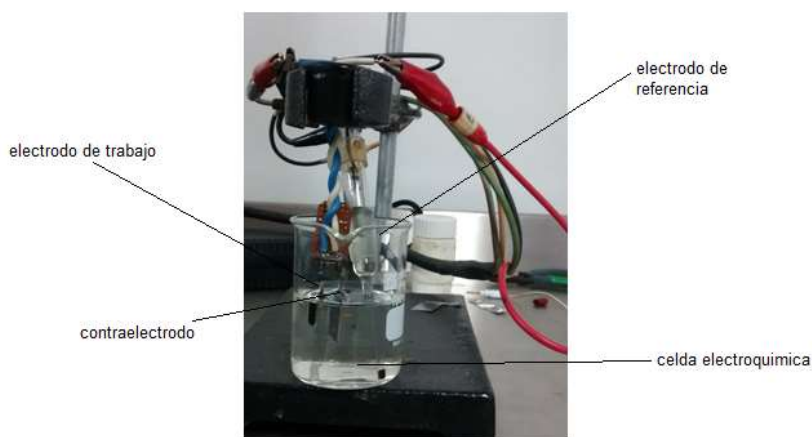
En Beakers de 50 ml se agregaron 40 ml de PVA y luego se adicionaron 1390 µl de pirrol (Py) medidos con la micro pipeta TRANSFERPETTE BRAND equivalentes a una molaridad de 0.4M para el volumen en cuestión; usando el agitador magnético se homogenizó la mezcla a temperatura ambiente durante 3 minutos. Posteriormente a la dilución PVA-Py se agregaron 10 ml de la disolución de Tetrahidroxiborato (THB) y haciendo uso del agitador magnético fue homogenizada la mezcla durante 3 minutos a temperatura ambiente de 25°C.

Al Beaker de 50ml con la dilución PVA-THB-PPy se agregó 0.053 g de perclorato de litio que equivalen a la concentración de 0.01M para el volumen en cuestión y usando el agitador magnético VELP SCIENTIFICA se agitó la mezcla durante 3 minutos a temperatura ambiente de 25°C. La dilución obtenida del proceso anterior fue usada como celda electroquímica para la síntesis del pirrol.

### **2.2.2. SINTESIS ELECTROQUIMICA DE PIRROL**

Una vez concluido el montaje de la celda electroquímica (solución PVA-THB-PPy) se llevó a cabo la síntesis electroquímica del pirrol. Esta fase fue iniciada realizando un protocolo de adecuación de los electrodos que intervienen en el proceso e interactúan en

la celda electroquímica, los cuales son: un electrodo de trabajo de platino de 2 cm<sup>2</sup> de área transversal sobre el cual se deposita el material polimérico, un electrodo auxiliar de acero inoxidable de 3.75cm<sup>2</sup> de área transversal y un electrodo de referencia de *Ag/AgCl* (*KCl 3.5M*), el montaje de la celda electroquímica con los electrodos se puede apreciar en la figura 17.



*Figura 17 Montaje para la electropolimerización*

Después de adecuar los electrodos se realizaron las respectivas conexiones (Potenciostato/Galvanostato) y se controló el proceso por computadora mediante el software Electrochemistry PowerSuite de Princeton Applied Research. La técnica que se usó para llevar a cabo el proceso es cronopotenciometría con un valor de corriente de 0.8 mA y valor de tiempo de 20000s.

Posterior al proceso de electropolimerización se procedió a hacer el tratamiento de los electrodos con el fin de retirar la película, se dejó reposar el electrodo de trabajo por dos horas a una temperatura ambiente de 25°C y luego se retiró la película usando una hoja de acero inoxidable.

### **2.2.3. CARACTERIZACION DE LA PELICULA POLIMERICA**

Para llevar a cabo el proceso de caracterización del material polimérico se realizó inicialmente un protocolo para la adecuación de los equipos y materiales utilizados, en esta instancia se realizó la calibración del equipo Potenciostato/Galvanostato usando un circuito de calibración [AC IMPEDANCE DUMMY CELL 1700-1126-REV.0] o celda de impedancia AC 1700-1126-REV.0 en español.

#### **2.2.3.1. CARACTERIZACION POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO**

La caracterización por espectroscopia de infrarrojo se realizó sobre una pequeña película polimérica, la cual se situó sobre la porta muestras del espectrómetro [FT-IR/Spectrum 100] localizado en el laboratorio de nuevos materiales de la UPB seccional montería. Los espectros obtenidos se registraron a temperatura ambiente desde los  $400\text{ cm}^{-1}$  a  $600\text{ cm}^{-1}$ , con una resolución espectral de  $10\text{ cm}^{-1}$ . Los espectros se determinaron a partir de 4 barridos y el espectro resultante se comparó con el espectro infrarrojo del polipirrol cuya electropolimerización fue realizada por el método de cronoamperometria a potencial constante de 0.8V (el cual se conoce es un buen voltaje para la electropolimerización de polipirrol (Rincon, 2011)) versus un electrodo de referencia de Ag/AgCl (3.5M) durante 5000 segundos, con un electrodo de trabajo de platino de 2x2cm y contraelectrodo de acero inoxidable de 2x2cm en una solución de acetonitrilo con un 2% de agua, 0.2M de pirrol y 0.1M de perclorato de litio.

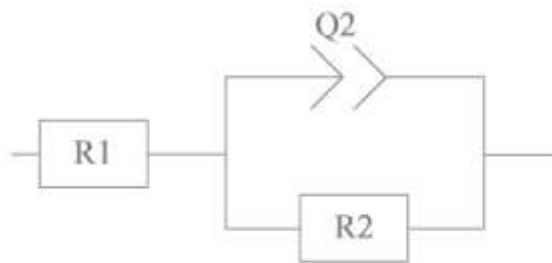
#### **2.2.3.2. CARACTERIZACION POR ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA**

El ensayo de EIS se realizó en condiciones potencioestáticas a distintos potenciales aplicados para tiempos entre 60 s y 90 s, mediante la imposición de un potencial

sinusoidal entre el material a estudiar y el electrodo de referencia con una amplitud de 10mV, con un barrido de frecuencias de 100KHz a 100 mHz.

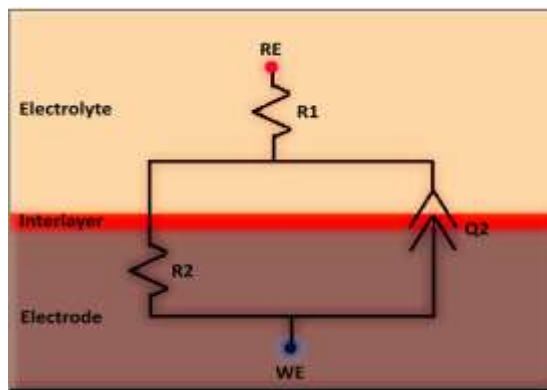
Los datos obtenidos en este ensayo permitieron la elaboración de los diagramas de Nyquist y Bode, los cuales son analizados por método gráfico y por uso de circuitos eléctricos equivalentes.

Para analizar los diagramas de Nyquist y bode por el método de circuitos equivalentes se optó por escoger el circuito mostrado en la figura 18, el cual permitió determinar las propiedades que puede ofrecer la espectroscopia de impedancia



*Figura 18 circuito equivalente escogido para el ajuste de los datos.*

La figura 19, muestra la distribución de los componentes del circuito eléctrico equivalente en la modelización de la estructura superficial del material polimérico (Electrodo de trabajo) para el ajuste de los datos del ensayo.



*Figura 19 Distribución de los componentes del circuito equivalente.*

Se definió entonces la expresión que modela la respuesta en cambios de impedancia del sistema electroquímico en función de los elementos eléctricos y de las variaciones de frecuencia del potencial, la cual se observa en la ecuación 5:

*Ecuación 5 Impedancia del sistema electroquímico (Florez et al, 2004).*

$$Z = R_1 + \frac{Q_2}{1 + R_1 Q_2 (2\pi f i)^n}$$

Fue escogido un elemento de fase constante ( $Q_2$ ) a diferencia de un condensador ideal con el fin de poder tener en cuenta las irregularidades y la heterogeneidad del material (se define un material heterogéneo con respecto a la densidad y porosidad del material respecto a su índice de idealidad). Por esta razón uno de los parámetros que resulta del modelamiento del sistema es el coeficiente de idealidad ( $n$ ), el cual está íntimamente relacionado con las características físicas de la película y reduce el error en el ajuste al sistema real en cuestión.

#### **2.2.4. EVALUACION DE LA PELICULA POLIMERICA**

La evaluación de la capacidad actuadora del material polimérico obtenido se realizó mediante la variación del porcentaje de humedad haciendo uso de sales desecantes. Estas sales al ser sustancias químicas capaces de extraer y liberar vapor de agua al aire en grandes cantidades con relación a su peso y volumen, no necesitan estar en contacto directo con el material durante la evaluación (Fonseca *et al*, 2009); se espera que las películas al someterse a cambios de humedad respondan produciendo movimiento.

Las sales desecantes utilizadas para la variación de la humedad durante la evaluación fueron Nitrato de magnesio [ $Mg(NO_3)_2$ ], Nitrato de potasio [ $KNO_3$ ] y Silicua gel. Al momento de realizar la evaluación fue necesario adecuar unas cámaras de acrílico con dimensiones de 15cm\*15cm\*10cm en las cuales se colocan crisoles con las sales antes

mencionadas; este diseño de cámara fue tomado de otros autores (Jaramillo, 2013) y se muestra a continuación en la figura 20.



*Figura 20 Cámara de ambiente controlado (Jaramillo, 2013)*

Para la evaluación se usaron 3 cámaras con los valores de 50%, 65% y 90% de humedad relativa. El procedimiento para realizar las pruebas se especifica a continuación.

- La película se cargó inicialmente en una caja de Petri y se ingresó en una de las cámaras con valor de humedad específico durante 600 segundos, con el fin de equilibrar las condiciones de la película a este ambiente.
- Luego la película fue sacada de la cámara (la película está sellada en la caja de Petri) e inmediatamente se ingresó a otra de las cámaras con un valor de humedad diferente, el tiempo que dura este procedimiento se considera demasiado corto para que exista una modificación significativa en las condiciones iniciales de la película.
- Posteriormente se procedió a evaluar la capacidad actuadora de la película polimérica bajo un criterio formulado por los autores del presente proyecto el cual pretende determinar el tiempo de reacción de la película, sabiendo que el tiempo

de reacción implica el lapso comprendido desde el instante de cambio en la humedad hasta observar un pandeo significativo de la película polimérica; la tabla 1 muestra los gradientes de humedad usados en el experimento.

*Tabla 1 Gradientes de humedad usados en el experimento*

$\Delta\%H$	Cámaras que interactúan
$\Delta\%H_1=15\%$	Cámaras al 50% y 60%
$\Delta\%H_2=25\%$	Cámaras al 60% y 90%
$\Delta\%H_3=40\%$	Cámaras al 50% y 90%

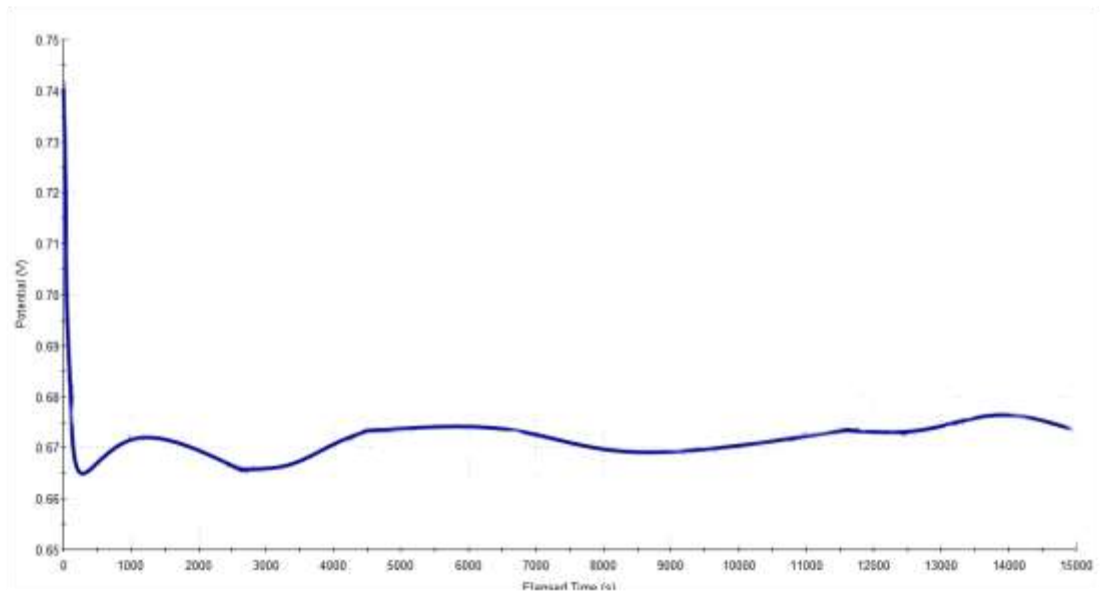


### **3. RESULTADOS Y DISCUSION**

Debido al enfoque de la investigación se decidió dividir el desarrollo experimental en etapas críticas, en donde cada una de ellas estaba encaminada al desarrollo y caracterización de una película polimérica que tuviera capacidad actuadora a gradientes de humedad.

#### **3.1. SINTESIS DE PIRROL EN COMPLEJO POLIOL-BORATO**

El proceso de electro síntesis dio como resultado el Cronopotenciograma mostrado en la figura 21, en el cual se observa que al inicio de la polimerización existe un aumento en el potencial el cual puede atribuirse a que el monómero empieza a oxidarse, luego se muestra una disminución del potencial que nos indica que el polímero empieza adherirse sobre el electrodo de platino, luego se estabiliza en un voltaje aproximado en un rango de entre 0.66mV y 0.67mV por lo cual podemos definir 0.67mV como el voltaje de polimerización de nuestra película en el cual se encuentra el crecimiento continuo del polímero sobre el electrodo.



*Figura 21 Cronopotenciograma obtenido en la polimerizacion de la película*

La figura 22 muestra el polímero obtenido aun adherido sobre el electrodo de platino, este polímero obtenido presenta ciertas características como es su elevada porosidad y a su vez su baja densidad; la película polimérica presenta un espesor de 0.014mm y un área transversal de 2cm<sup>2</sup>.



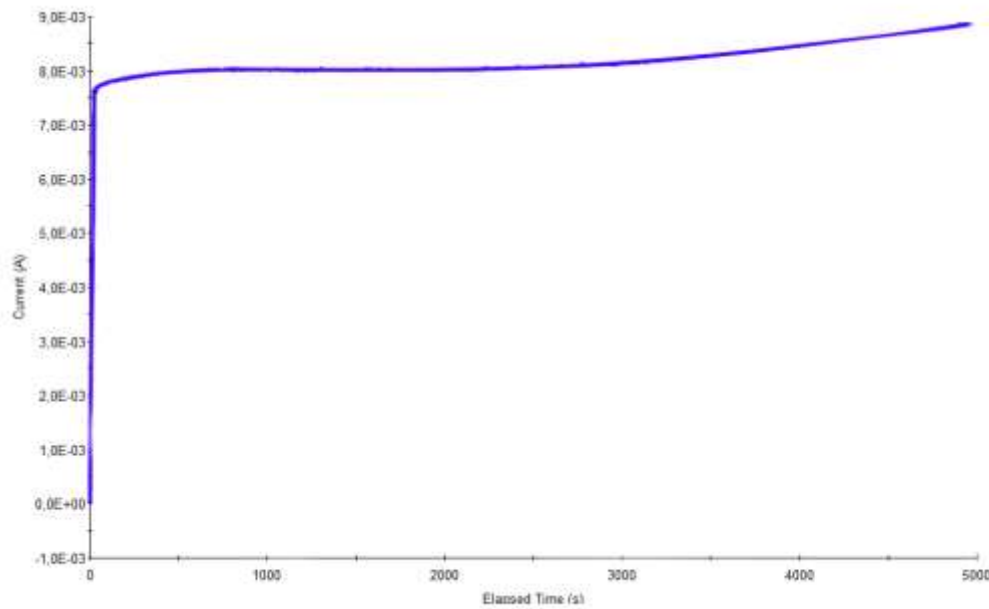
*Figura 22 Película polimérica adherida al electrodo de trabajo*

## 3.2. CARACTERIZACION DE LA PELICULA POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO

Dado que se tomó como polímero principal el polipirrol, es imperante sintetizar una película de polipirrol y analizarla por espectroscopia de infrarrojo para tomarla como base para nuestra investigación y análisis de los resultados de los espectros.

### 3.2.1. SINTESIS DE POLIPIRROL

La figura 23 muestra el cronoamperograma obtenido de la electropolimerización de polipirrol en el cual observamos un salto de corriente desde 0mA hasta llegar a 0.8mA y permanecer así hasta finalizada la polimerizacion, demostrando 0.8mA como la corriente de polimerizacion del polipirrol el cual está acorde a la literatura (Rincon, 2011).



*Figura 23 Cronoamperograma resultado de la polimerizacion*

### 3.2.2. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO DE POLIPIRROL

Sobre el electrodo polimerizado se realizó espectroscopia de infrarrojo dando como resultado el espectro característico del polipirrol el cual se muestra en la figura 24.

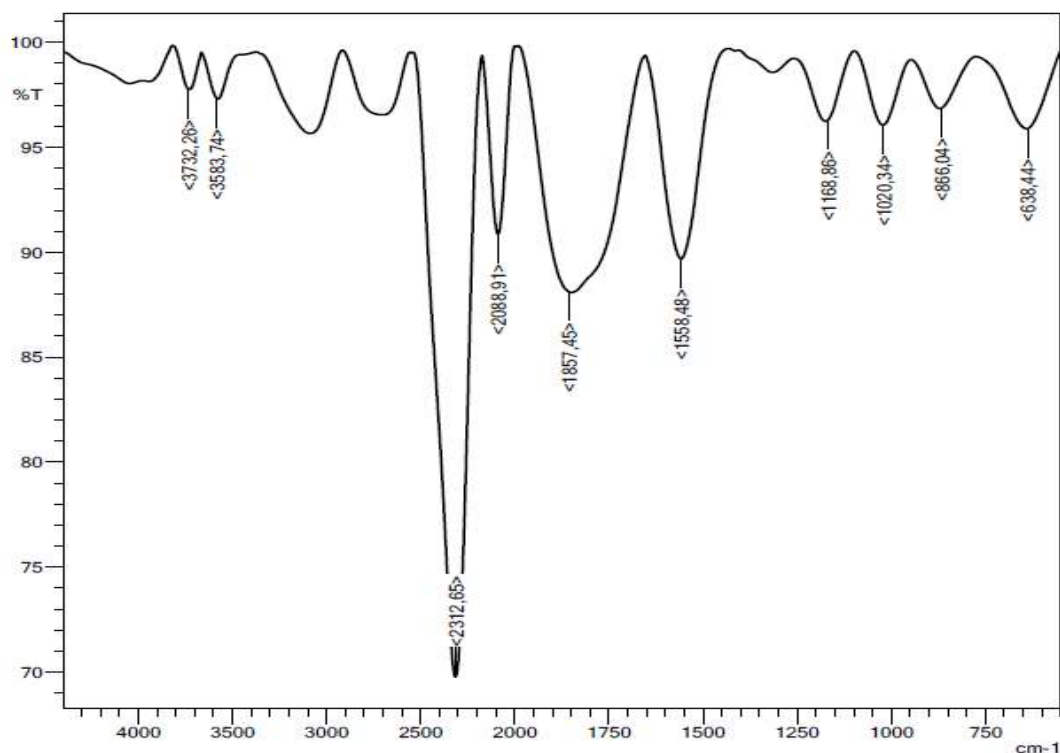


Figura 24 Espectroscopia IR de polipirrol

En el espectro infrarrojo característico del polipirrol se pueden observar varias bandas de absorción así como vibraciones de flexión y tensión asimétricas como por ejemplo en la región por encima de los 3000 se puede observar una vibración de tensión asimétrica (vibración paralela) produciendo una banda de absorción en  $3589\text{ cm}^{-1}$  asociada a la tensión del grupo N-H, la cual se puede relacionar con el grupo N-H presente en el pirrol, el cual es el monómero base del polipirrol; esta tensión característica de las aminas primarias podemos confirmarla con una banda de vibración de deformación de N-H la cual podemos observarla en los  $1573\text{ cm}^{-1}$ .

Aparece también un pico asimétrico en la región comprendida entre 2300cm<sup>-1</sup> a 2400 cm<sup>-1</sup> el cual está asociado a movimientos de tensión asimétrica del C-H. La banda observada a 875 cm<sup>-1</sup> se asignan a =C-H fuera del plano.

### 3.2.3. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO DE LA PELICULA DE POLIPIRROL POLIMERIZADA EN COMPLEJO POLIOL-BORATO

Al contrastar el espectro del estándar de polipirrol con la nueva película de PPY-PVA-THB la cual se muestra en la figura 25, se puede observar por medio de los picos principales el aumento en la absorción, es decir, los picos característicos que aparecen en el estándar, son los mismos que se presentan en la nueva película pero estos se encuentran más fuertes indicando mayor movilidad molecular.

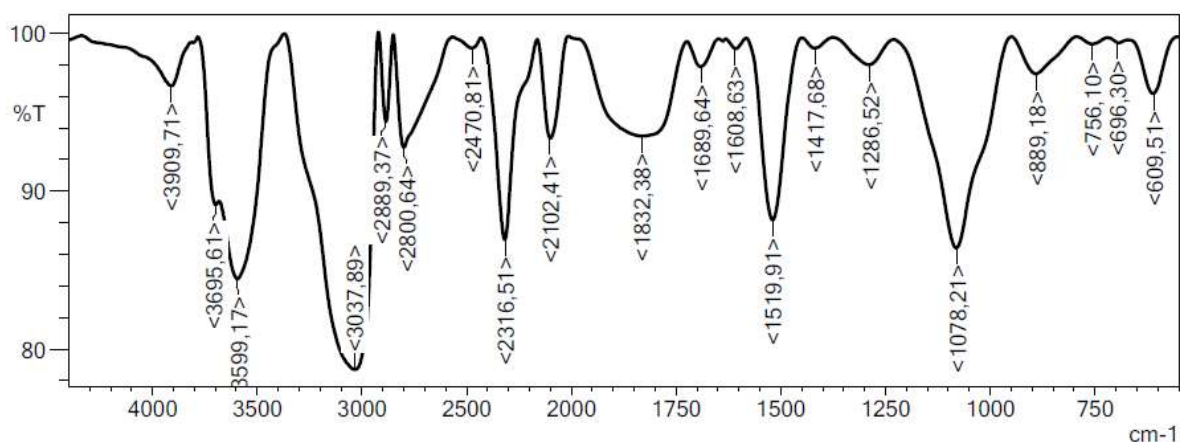


Figura 25 Espectroscopia de la película polimérica PPY-PVA-THB

La banda ancha y simétrica observada en la región de los 3037 cm<sup>-1</sup> se debe al alargamiento O-H presente en el poliol-borato el cual fue polimerizado con el polipirrol por lo que en el espectro para la nueva película era necesario la aparición de dicha banda además de otras bandas características del poliol-borato que no se encuentran en el espectro estándar del polipirrol.

En la región de los 1080cm<sup>-1</sup> se observa una banda la cual se asocia al ancho de un pico de absorción el cual se le atribuye a la presencia de puentes de hidrogeno en la muestra (Bertel & Segura, 2009), es decir, entre más ancho es el pico de absorción, mayor es la cantidad de puentes de hidrógenos existente, de esta forma se confirma la presencia del poliol-borato.

### 3.3. ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA

En la figura 26 se muestran los gráficos obtenidos de la aplicación de la técnica EIS (Diagrama de Nyquist y Bode), para la película polimérica (PVA-THB-PPy) en una solución de KCl 3.5 M. Los datos experimentales son expresados en forma discreta (Puntos).

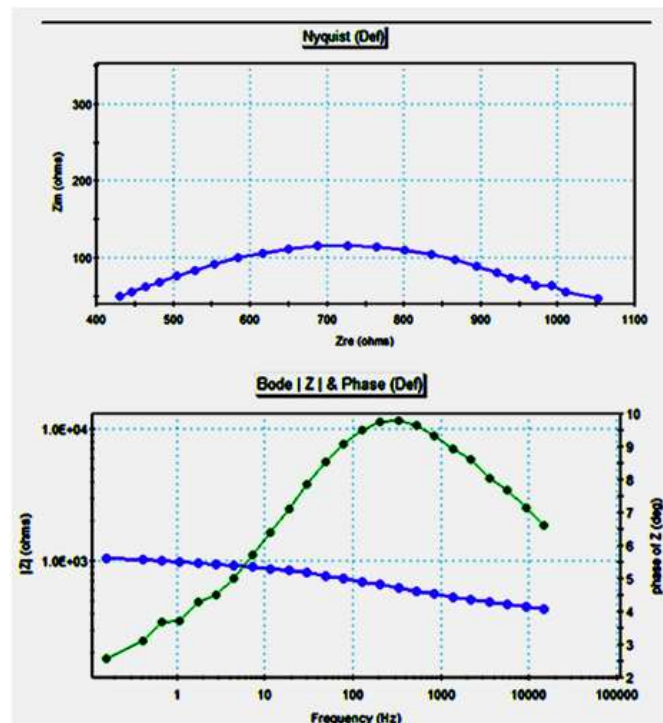


Figura 26 Diagrama de Bode y Nyquist.

En la teoría del análisis de los gráficos de espectros de impedancia, el diagrama de Nyquist para un sistema ideal en el cual el material es completamente homogéneo se

caracteriza por representar media circunferencia cuyo centro está sobre el eje de impedancia real, es decir, el eje corta la circunferencia justo a la mitad, antónimo a la afirmación anterior, como se logra apreciar en la figura 26, el diagrama de Nyquist obtenido en el ensayo muestra un sector de circunferencia, lo cual nos indica que el material polimérico en cuestión no es idealmente homogéneo y esto concuerda con la realidad del sistema, por tal razón se hace necesario el ajuste del sistema mediante una circunferencia aproximada como se aprecia en la figura 27.

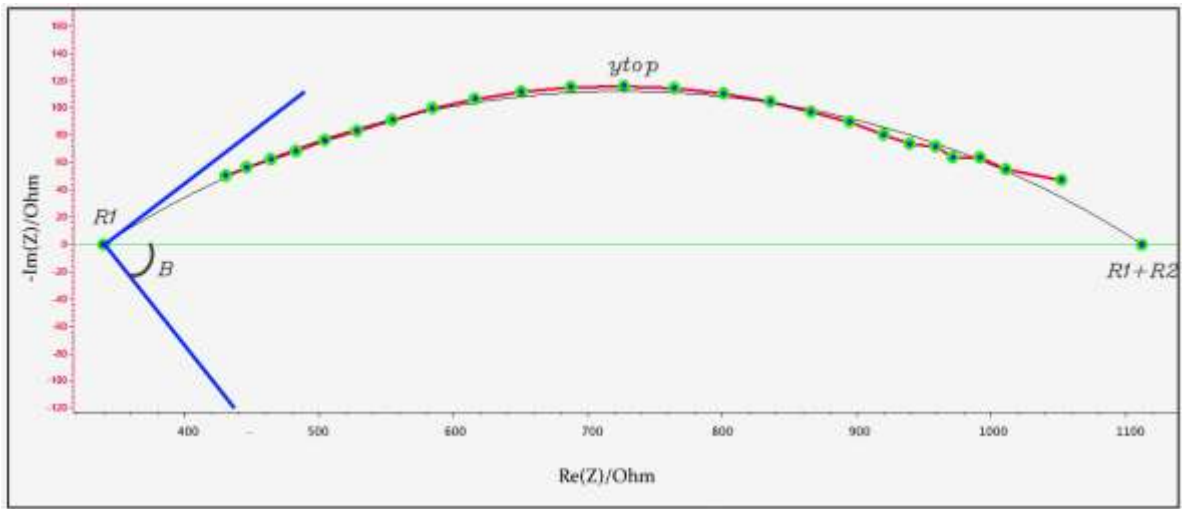


Figura 27 Circunferencia aproximada luego del ajuste

La tabla 2 muestra los valores de  $R1$ ,  $R2$ ,  $Y_{top}$  y  $B$ .

Tabla 2 Valores de  $R1$ ,  $R2$ ,  $Y_{top}$  y  $B$

Constante	Valor
<b>R1</b>	340 Ohm/cm <sup>2</sup>
<b>R2</b>	772 Ohm/cm <sup>2</sup>
<b>Y<sub>top</sub></b>	116 Ohm
<b>B</b>	57°

Para determinar el coeficiente de idealidad ( $\eta$ ), cuyo valor guarda relación con el ángulo de depresión aplicamos la expresión  $B^\circ = (1 - \eta)90^\circ$ . Luego el valor del coeficiente de idealidad es de  $\eta=0,37$ .

El valor del coeficiente de idealidad calculado nos indica que el material polimérico analizado es altamente poroso, poco homogéneo y posee baja densidad, en comparación con los aceros cuyo coeficiente de idealidad abarca valores por encima de 0,95. Siendo estos materiales realmente densos, homogéneos y poco porosos (Alonso-Vante, 2002).

El Elemento de fase constante  $Q_2$  ( $1.276E-4 \mu F/cm^2$ .) fue hallado de la ecuación 6

*Ecuación 6 Calculo para determinar el  $Y_{top}$  (Alonso-Vante, 2002)*

$$y_{top} = 1/2\pi(R_2Q_2)^{\frac{1}{\eta}}$$

La tabla 3 muestra los valores de los componentes del circuito eléctrico equivalente que modela el sistema (ver figura 18).

*Tabla 3 Valores de los componentes eléctricos del circuito equivalente*

Componente eléctrico	Magnitud
Resistencia electrolito (R1)	340 Ohm/cm <sup>2</sup>
Resistencia del material (R2)	772 Ohm/cm <sup>2</sup>
Elemento de fase constante (Q2)	$Q_2=1.276E-4 \mu F/cm^2$
Coeficiente de idealidad ( $\eta$ )	$\eta=0,37$

La figura 28 compara la gráfica del sistema real con la gráfica arrojada por el circuito equivalente. La discrepancia que presenta la gráfica ajustada respecto al comportamiento real del sistema depende en gran medida de las cifras significativas de los valores



determinados, dado que la aproximación de valores implica una reducción en la precisión de los datos.

El circuito eléctrico escogido permite ajustar de manera satisfactoria los datos experimentales y es confiable la veracidad de los resultados obtenidos.

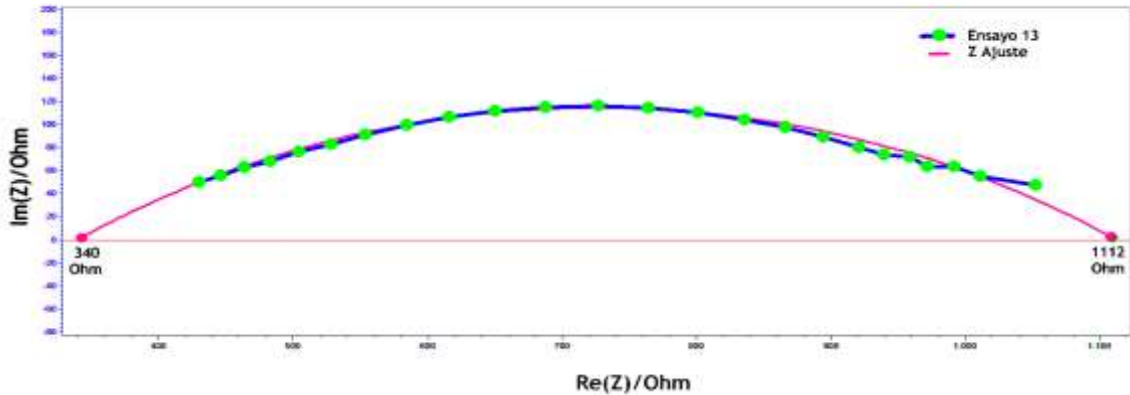


Figura 28 Comparación grafica real con grafica ajustada

Una vez realizado el ajuste de los datos experimentales y determinado la magnitud de los componentes eléctricos del circuito equivalente se procede a determinar la conductividad eléctrica de la película polimérica a partir del valor de la resistencia del material polimérico (R1), el espesor y el área efectiva de la misma.

La relación matemática que liga estas constantes es:

*Ecuación 7 Conductividad del material (Bertel & Segura, 2009)*

$$\sigma = \frac{\tau}{A * R2}$$

Donde;

$\sigma$ , Conductividad eléctrica (S\*m)

$\tau$ , Espesor de la película (cm)

A, Área efectiva de la película (cm<sup>2</sup>)

R2, Resistencia del polímero (Ohm)

La conductividad eléctrica del material es  $\sigma = 9,42 * 10^{-7} (Ohm * cm)^{-1}$

El valor de la conductividad obtenido para la película polimérica se encuentra por fuera del rango de polímeros conductores y se cataloga como un polímero semiconductor

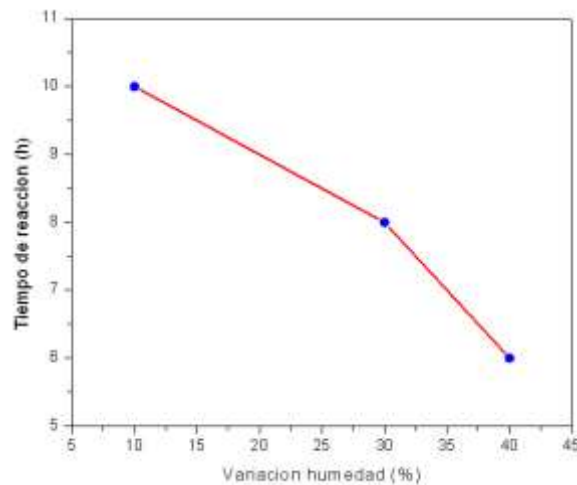
### 3.4. EVALUACION DE LA PELICULA

Los valores de los gradientes de humedad utilizados y los valores de tiempo obtenidos de las experiencias se exponen a continuación en la tabla 4:

*Tabla 4 Tiempo de reacción de las películas a los gradientes de humedad*

$\Delta\%H$	Cámaras que interactúan	Tiempo de reacción (h)
$\Delta\%H_1=10\%$	50% a 60%	10
$\Delta\%H_2=30\%$	60% a 90%	8
$\Delta\%H_3=40\%$	50% a 90%	6



La figura 29 muestra cómo cambia el tiempo de reacción de la película polimérica frente al aumento en el gradiente de humedad.





*Figura 29 Evaluación de la película gráficamente*

Se identificó que el tiempo de reacción para las muestras en evaluación disminuye progresivamente a medida que se aumenta la amplitud de los valores de humedad relativa; sin embargo la velocidad de reacción no es la esperada puesto se esperaba que al realizar el cambio de humedad se presentara en los próximos minutos un pandeo de las películas, no obstante la tabla 5 muestra como la muestra se “recogió” o se “pandeo” luego de una larga exposición a cada gradiente de humedad.

*Tabla 5 Respuesta de la película polimérica a los gradientes de humedad*

Gradiente de humedad $\Delta\%H$	Condiciones de evaluación	Comportamiento de la película
0%	Estado inicial de la película	
10%	Cámaras de 50% y 60%	

30%	Cámaras de 60% y 90%	
40%	Cámaras de 50% y 90%	

El comportamiento de cambio de forma que lleva a las películas a curvarse durante la realización de las pruebas evidencia que el material polimérico posee afinidad por el vapor de agua presente en el ambiente y tiene capacidad actuadora a los cambios de humedad.

La tabla 5 muestra que Inicialmente la película se encuentra en un estado de equilibrio (no posee movimiento ni pandeo) luego es ingresada a la cámara de evaluación, una vez allí y realizado el cambio de ambiente la película polimérica que se encuentra en un estado de equilibrio ya inducido con un porcentaje de humedad dado es sometida a interacción con otro estado que posee un mayor porcentaje de humedad, la diferencia en el porcentaje de humedad (Gradiente de humedad) afecta de manera directa al material y a medida que este busca adecuar su estado a las condiciones del ambiente circundante absorbe vapor de

agua, esta ganancia de vapor se ve reflejada en el hinchamiento y las posteriores contracciones graduales teniendo como resultado el curvado de las películas.

La cantidad de vapor de agua que asimila la película y que a su vez se relaciona con la magnitud del gradiente de humedad, influye directamente sobre el grado de hinchamiento experimentado. Por tanto, si la muestra experimenta cambios crecientes en el gradiente de humedad, las deformaciones experimentadas serán más óptimas, dado que la ganancia de vapor para equilibrar las condiciones es creciente, esto se nota claramente en la tabla 5 donde se aprecia que para los primeros gradientes de humedad (10 y 30%) existe un cambio en las películas, sin embargo para el último gradiente de humedad dicho cambio se evidencia de una manera más brusca llegando incluso a enrollarse toda la película sobre sí misma.

De la prueba se logró identificar que existe gran semejanza entre los valores del tiempo de reacción entre los cambios de porcentajes de humedad, es decir, entre mayor sea el cambio de humedad se podrá mejorar el tiempo de reacción. Aunque el tiempo de reacción encontrado en esta investigación fue demasiado grande, no obstante es posible encontrar aplicaciones para el actuador en situaciones donde se necesite censar humedad y no importe la velocidad de reacción del actuador.

#### 4. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos en esta investigación permitieron establecer lo siguiente:

- Es posible utilizar un complejo poliol-borato como celda electroquímica en el proceso de electropolimerización de pirrol a presión y temperatura ambiente.
- La síntesis electroquímica de pirrol en complejo poliol borato por el método de cronopotenciometria arroja el Cronopotenciograma característico y se define 0.67 mV (mili-voltios) como el voltaje de polimerización para el experimento mostrado en presente proyecto
- Los resultados de los espectros IR de la película permitieron definir que la película obtenida tenía componentes tanto del pirrol como del complejo poliol-borato.
- Se ha caracterizado la interfaz material/electrolito a través de la técnica de espectroscopia de impedancias electroquímicas. El circuito eléctrico equivalente escogido para el modelamiento de los datos es válido y se ajusta correctamente al comportamiento experimental del material estudiado.
- El valor del coeficiente de idealidad determinado, muestra que la estructura física del material es característica por poseer irregularidades e imperfecciones que tiene una influencia significativa en el desarrollo de la prueba y determinación de las propiedades del material.

- El valor de la conductividad del material lo convierte en un material polimérico semiconductor. Cuando se electro polimeriza el pirrol en la celda electroquímica la inclusión de los reactivos (PVA-THB-LiClO<sub>4</sub>) y la oxidación del material final provocan un aumento en la resistividad.
- De acuerdo con los resultados obtenidos, se concluye que la influencia de las concentraciones de los reactivos y factores de importancia en la polimerización influyen considerablemente en el comportamiento electroquímico y en las características físicas finales del material, Y que la técnica EIS permite caracterizar de manera acertada la interfaz material/electrolito bajo condiciones de equilibrio.
- A pesar de que el tiempo de reacción del polímero fue demasiado lento se cumplió con la finalidad de esta investigación es cuál era el desarrollo de un nuevo material con capacidad actuadora a gradientes de humedad.
- El poco movimiento del polímero es probable que esté relacionado a la poca homogeneidad del material la cual como mostro la Impedancia es poca.

## 5. RECOMENDACIONES

Luego de finalizado el trabajo se recomiendan para futuras investigaciones:

- Como se habló en la teoría, los complejos poliol-borato se pueden realizar con distintos compuestos, resulta interesante una investigación como afecta el cambio de estos componentes.
- Se recomienda realizar un tricapas de polipirrol-complejo poliol/borato-polipirrol para observa si este respondería mejor a la humedad.
- Sería interesante observar el comportamiento de un polímero realizado químicamente con pirrol en complejo poliol-borato.
- En la literatura se encuentra que el movimiento continuo de la celda electroquímica y la polimerizacion en una atmosfera inerte mejoran la calidad de la polimerizacion, se recomienda realizar este procedimiento.
- Se ha comprobado que la estructura PPy/pva-thb responde a la humedad aunque con lentitud, sería interesante estudiar aplicaciones para dicha estructura, un ejemplo de estas aplicaciones seria en el campo de la agroindustria donde en ocasiones es necesario cierto nivel de humedad para que nazca una semilla, se recomienda investigar en ese ámbito



## BIBLIOGRAFIA

- AIHUA, S., ZHIXIANG, L., TIEFENG, W., YONG, L., & PING, C. (2009).** HIGHLY SENSITIVE HUMIDITY SENSOR AT LOW HUMIDITY BASED ON THE QUATERNIZED POLYPYRROLE COMPOSITE FILM. SENSORS AND ACTUATORS B, 142, 197-203.
- ALONSO-VANTE, N. (2002).** MATERIALES: ASPECTOS FUNDAMENTALES Y APLICACIONES. EN: B. SCHARIFKER, J. GAUTIER, O. MÁRQUEZ, & S. DAS NEVES, ELECTROQUÍMICA Y ELECTROCATÁLISIS, BUENOS AIRES (PÁGS. 167,176).
- ARADILLA, D. (2007).** DESARROLLO DE SISTEMAS ALTAMENTE ELECTROACTIVOS A PARTIR DE POLÍMEROS CONDUCTORES CONVENCIONALES. MEMORIA, ESCOLA TÈCNICA SUPERIOR D'ENGINYERIA INDUSTRIAL DE BARCELONA, BARCELONA, PAGES 15-20.
- ARIAS, J. (2007).** SINTESIS Y CARACTERIZACION DE POLIMEROS CONDUCTORES BASADOS EN ANILINAS SUSTITUIDAS Y SU APLICACION EN ELECTROCATALISIS. TESIS DOCTORAL, UNIVERSIDAD DE ALICANTE, ALICANTE.

**ARRIBAS, C. (1991).** INVESTIGACION DE NUEVOS MATERIALES CONDUCTORES: POLIPIRROL CRECIDO EN POLIMEROS SULFONADOS. TESIS DOCTORAL, UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID, MADRID.

**ARRIETA & TARAZONA. (2009).** STUDY OF KINETIC FORMATION AND THE ELECTROCHEMICAL BEHAVIOR OF POLYPYRROLE FILMS. JOURNAL OF THE CHILEAN CHEMICAL SOCIETY, 54(1), 14-19.

**ARRIETA, A., FUENTES, O., & JARAMILLO, A. (2013).** SISTEMA PORTÁTIL DE SENSORES INTELIGENTES (LENGUA ELECTRÓNICA) PARA EL ANÁLISIS DE ALIMENTOS. INGENIAR UPB, UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA (PÁGS. 41-51). MEDELLIN.

**AZBONY. (2012).** BORATOS, (CD-ROM). BUENAS TAREAS. INTERNET, [HTTP://WWW.BUENASTAREAS.COM/ENSAYOS/BORATOS/4061270.HTML](http://www.buenastareas.com/ensayos/BORATOS/4061270.html).

**BARJA, B., CHESTA, C., ATVARS, T., & ARAMENDIA, P. (2013).** FLUORESCENT POLYMER COATING WITH TUNEABLE SENSITIVE RANGE FOR REMOTE TEMPERATURE SENSING. SPECTROCHIMICA ACTA, 116, 13-16.

**BERTEL, S., & SEGURA, J. (2009).** DESARROLLO Y CARACTERIZACION ESPECTROSCOPICA DE UN MUSCULO ARTIFICIAL TRICAPA. TESIS DE PREGRADO, UNIVERSIDAD DE CORDOBA, DEPARTAMENTO DE FISICA, MONTERIA.

**CABRERA, J., LOPEZ, F., & ANGULO, F. (1993).** OPTICA ELECTROMAGNETIA. EN: J. CABRERA. FUNDAMENTOS MADRID: ADDISON-WESLEY IBEROAMERICANA.

**CASTRO, FEDERMAN (2008).** ANALISIS INSTRUMENTAL, UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE PEREIRA (UTP), PEREIRA, PAGES 79-102

**CHOWHAN, MASOOD, DASSANAYAKE, NISSANKE, & LAKSHMAN. (2006).** ESPAÑA PATENTE N° 2 246 491 (16 FEBRERO 2006).

**CHOY, M. (2003).** POLÍMEROS CONDUCTORES COMO ALTERNATIVA TECNOLÓGICA EN LA PROTECCIÓN DE NUESTRO AMBIENTE. REVISTA IBEROAMERICANA DE POLIMEROS, 4(2), 53-68.

**CORTEZ, M. (2002).** MUSCULOS ARTIFICIALES DE TRICAPA, CARACTERIZACION Y DISEÑO DE DISPOSITIVOS. TESIS DOCTORAL, UNIVERSIDAD DEL PAIS VASCO, MADRID.

**COTARELO, M. (2008).** SINTESIS DE POLIMEROS CONDUCTORES OBTENIDOS A PARTIR DE DIMEROS DE ANILINA. TESIS DOCTORAL, UNIVERSIDAD DE ALICANTE, ALICANTE.

**ECHEVERRI, C., VALLEJO, C., & LONDOÑO, M. (2009).** SINTESIS Y CARACTERIZACION DE HIDROGELES DE ALCOHOL POLIVINILICO POR LA TECNICA DE CONGELAMIENTO Y DESCONGELAMIENTO PARA APLICACIONES MEDICAS. REVISTA EIA(12), 59-66.

**FERNANDEZ, T. (2003).** POLIMEROS CONDUCTORES, SINTESIS, PROPIEDADES Y APLICACIONES ELECTROQUIMICAS. REVISTA IBEROAMERICANA DE POLIMEROS, 4, PAGES 25-35.

**FLORES, E. (1995).** VOLTAMETRIA CICLICA: LA ESPECTROSCOPIA ELECTROQUIMICA. REVISTA DE QUIMICA, IX(2), 165-170.

**FLOREZ, J., ROMERO, R., & GENESCÁ, J. (2004).** ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA EN CORROSIÓN. UNIVERSIDAD AUTONOMA DE MEXICO. MEXICO,DF: INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO FACULTAD DE QUÍMICA,UNAM.

**FONSECA, N., NIÑO, C., & GUTIERREZ, M. (2009).** ESTUDIO DEL PROCESO DE ACONDICIONAMIENTO DE AIRE MEDIANTE SALES DISECANTES EN APLICACIONES HVAC/R. SCIENTIA ET TECHNICA(42), 69-74.

**GAINSFORD, G., KEMMIT, T., & HIGHAM, C. (2008).** REDETERMINATION OF THE BORAX STRUCTURE FROM LABORATORY X-RAY DATA AT 145 K. ACTA CRYSTALLOGRAPHICA, 64, 24-27.

**GONZALEZ, I., & VERGAZ, R. (2008).** MEDIDOR DE VOLTAMETRIA CICLICA PARA DISPOSITIVOS DE TRANSMITANCIA CONTROLABLE. TESIS DE PREGRADO, UNIVERSIDAD CARLOS III DE MADRID, MADRID.

**GUYTON, H. (2001).** TRATADO DE FISILOGIA MEDICA (10 EDICION ED.). MC GRAW HILL, PAGES 85-100.

**HERTING, G., WALLINDER, I., & LEYGRAF, C. (2006).** FACTORS THAT INFLUENCE THE RELEASE OF METALS FROM STAINLESS STEELS EXPOSED TO PHYSIOLOGICAL MEDIA. CORROSION SCIENCE, 48, 2120-2132.

**HOULISTON, A. (2009).** PVA POLYMER SLIME. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL PARA LA SINTESIS DE UN GEL POLIMERICO A PARTIR DE PVA-THB, (EN LINEA) DOCUMENTO DE ORIENTACION, RSC: ADVANCING THE CHEMICAL SCIENCE. [HTTP://WWW.RSC.ORG/LEARN-CHEMISTRY/RESOURCE/RES00000756/PVA-POLYMER-SLIME](http://www.rsc.org/learn-chemistry/resource/res00000756/pva-polymer-slime).

**HYOKI, K., & SUNGHOON, K. (2013).** WATER-RESPONSIVE POLYMER COMPOSITES ON THE MOVE. SCIENCE, 339, 150-152.

**JARAMILLO, A. (2013).** DESARROLLO DE UN ACUMULADOR ELECTROQUIMICO DE CARGA A PARTIR DE UN BIOPOLIMERO DE YUCA. TESIS DE PREGRADO, UNIVERSIDAD PONTIFICA BOLIVARIANA, MONTERIA.

**JOHNSON, W. B., & MACDONALD, R. (2005).** FUNDAMENTALS OF IMPEDANCE SPECTROSCOPY. EN: J. E. BARSOUKOV, & R. MACDONALD (ED), IMPEDANCE SPECTROSCOPY THEORY, EXPERIMENT, AND APPLICATIONS (SECOND ED., PÁGS. 01-08). HOBOKEN, NEW JERSEY: JOHN WILEY & SONS, INC.

**JUTTNER, K. (1999).** ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROSCOPY (EIS) OF CORROSION PROCESS ON INHOMOGENEOUS SURFACES. ELECTROCHIMICA ACTA, VOL. 35, 1501-1508.

**KAPLIN, D., & QUTUBUDDIN, S. (1995).** ELECTROCHEMICALLY SYNTHESIZED POLYPYRROLE FILMS: EFFECTS OF POLYMERIZATION POTENTIAL AND ELECTROLYTE TYPE. (1286, ED.) POLYMER, 36(6), 1275.

**LOUGHLIN, R., TUNNEY, M., DONNELLY, R., DIARMAID, M., JENKINS, M., & MCCARRON, P. (2008).** MODULATION OF GEL FORMATION AND DRUG-RELEASE CHARACTERISTICS OF LIDOCAINE-LOADED POLY(VINYL ALCOHOL)-TETRABORATE HYDROGEL SYSTEMS USING SCAVENGER POLYOL SUGARS. EUROPEAN JOURNAL OF PHARMACEUTICS AND BIOPHARMACEUTICS(69), 1135-1146.

**MANSFELD, F. (1995).** USE OF ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROSCOPY FOR THE STUDY OF CORROSION PROTECTION BY POLIMER COATINGS. JOURNAL OF APPLIED ELECTROCHEMISTRY, 25, 187-202.

**MAÑOGIL, P. (2007).** SINTESIS DEL POLIMERO PPY/PVS MEDIANTE VOLTAMETRIA CICLICA. INFLUENCIA DEL TIPO DE ELECTROLITO SOBRE SU COMPORTAMIENTO VOLTAMETRICO EN ACETONITRILO. TESIS PREGRADO, CARTAGENA.

**MARTINEZ, J., & FERNANDEZ, T. (2014).** MECHANICAL AWARENESS FROM SENSING ARTIFICIAL MUSCLES: EXPERIMENTS AND MODELING. SENSORS AND ACTUATORS, 195, 365-372.

**MARTINEZ, J., FERNANDEZ, T., & ARIAS, J. (2012).** BIOMIMETIC ELECTROCHEMISTRY FROM CONDUCTING POLYMERS. A REVIEW ARTIFICIAL MUSCLES, SMART MEMBRANES, SMART DRUG DELIVERY AND COMPUTER/NEURON INTERFACES. ELECTROCHIMICA ACTA, 84, 112-128.

**MILA, H. (2007).** CONSTRUCCIÓN DE UN SISTEMA DE MOVIMIENTO BIOMIMETICO. TESIS DOCTORAL, UNIVERSIDAD POLITECNICA DE CATALUNYA, CATALUNYA.

**MIN-CHOL, S., & HAK-SUNG, K. (1996).** ELECTROCHEMICAL CHARACTERIZATION OF POLYPYRROLELGLUCOSE OXIDASE BIOSENSOR: PART I. INFLUENCE OF ENZYME CONCENTRATION ON THE GROWTH AND PROPERTIES OF THE FILM. *BIOSENSORS & BIOELECTRONICS*, 11(1/2), 161-169.

**MINGMING, M., LIANG, G., ANDRESON, D., & LANGER, R. (2013).** BIO-INSPIRED POLYMER COMPOSITE ACTUATOR AND GENERATOR DRIVEN BY WATER GRADIENTS. *SCIENCE*, 186-189.

**MOHD, H., ELIAS, S., ANUAR, K., MUHD, H., ISKANDAR, M., & MUHD AHMAD, A. O. (2008).** TEMPERATURE DEPENDENCE OF AC ELECTRICAL CONDUCTIVITY OF PVA-PPY-FECL<sub>3</sub> COMPOSITE POLYMER FILMS. *MALAYSIAN POLIMER JOURNAL (MPJ)*, 3(2), 24-31.

**OTÁLORA, PIRATOBA, U., VERA, E., & ORTIZ, C. (2009).** ASPECTOS BÁSICOS EN LA INTERPRETACIÓN DE DIAGRAMAS DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA. *DYNA*, 13-19.

**OVANDO, V., CORONA, M., MARTINEZ, F., ANTONIO, I., & JAIME, O. (2010).** LOS POLÍMEROS CONDUCTORES DE LA ELECTRICIDAD Y SUS APLICACIONES EN LA NANOTECNOLOGÍA. (J. MARTINEZ, ED.) *REVISTA ACADEMICA DE INVESTIGACION "TLATEMOANI"*(03), 73-76.

**RAMIREZ, M. (2008).** INTERCAMBIO IONICO DURANTE EL PROCESO REDOX EN EL SISTEMA POLIPIRROL- PERCLORATO DE LITIO. BACHELOR TESIS, CARTAGENA.

**RINCON, J. (2011).** CARACTERIZACION TERMICA Y ELECTRICA DE PELICULAS DE POLIPIRROL-COPOLIMERO DE ESTIRENO-BUTADIENO. TESIS DE PREGRADO, UNIVERSIDAD DEL VALLE, ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA, SANTIAGO DE CALI.

**SIDORENKO, A., KRUPENKIN, T., TAYLOS, A., FRATZL, P., & AIZENBERG, J. (2007).** REVERSIBLE SWITCHING OF HYDROGEL-ACTUATED NANOSTRUCTURES INTO COMPLEX MICROPATTERNS. SCIENCE, 315, 487.

**TERASAWA, N., HAYASHI, Y., KOMA, T., HIGASHI, N., & ASAKA, K. (2014).** HIGH-PERFORMANCE POLYMER ACTUATORS BASED ON POLY(ETHYLENEOXIDE) AND SINGLE-WALLED CARBON NANOTUBE- IONIC LIQUID-BASED GELS. SENSORS AND ACTUORS(202), 382-387.

**TIETJE-GIRAULT, J., PONCE DE LEON, C., & WALSH, F. (2007).** ELECTROCHEMICALLY DEPOSITED POLYPYRROLE FILMS AND THEIR CHARACTERIZATION. SURFACE & COATINGS TECHNOLOGY, 201, 6025-6034.

**VALERO, L., ARIAS, J., CAUICH, J., SMIT, M., & OTERO, T. (2010).** CHARACTERIZATION OF THE MOVEMENT OF POLYPYRROLE- DODECYLBENZENESULFONATE-PERCHLORATE/TAPE ARTIFICIAL MUSCLES. FARADAIC CONTROL OF REACTIVE ARTIFICIAL MOLECULAR MOTORS AND MUSCLES. ELECTROCHIMICA ACTA, 56, 3721-3726.



**VÁZQUEZ GUTIÉRREZ, J. L. (2006).** EMPLEO DE LA TÉCNICA DE ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIAS ELECTROQUÍMICAS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE BIOMATERIALES. APLICACIÓN A UNA ALEACIÓN BIOMÉDICA DE CO-CR-MO. VALENCIA.

**VELES, J., LOPEZ, S., VELASQUEZ, J., & MARTINEZ, J. (2014).** EL MUNDO DE LOS POLIMEROS. PRESENTACION PPT, UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO.

**YEPES-MARTINEZ, J., CAMARGO, R., & VARGAS, R. (2011).** SINTESIS ELECTROQUIMICA Y CARACTERIZACION TERMICA DE POLIPIRROL-SBR BAJO ATMOSFERA INERTE (NITROGENO). REVISTA COLOMBIANA DE FISICA, 43(1), 127-134.

## ANEXO 1-PREFIJOS Y ABREVIATURAS USADAS EN EL DOCUMENTO

*Tabla 6 listado de prefijos*

PREFIJO	ABREVIATURA	SIGNIFICADO
Micro	$\mu$	$X10^{-6}$
Mili	m	$X10^{-3}$
Kilo	K	$X10^3$
Mega	M	$X10^6$

*Tabla 7 listado de abreviaturas*

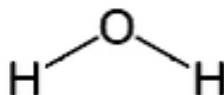
ABREVIATURA	PALABRA
PVA	Polivinil Alcohol
THB	Tetra hidroxiborato
PVC	Polivinil Cloruro
PPy	Polipirrol
Py	Pirrol
Hz	Hertz
V	Voltios
$P_0$	Intensidad de luz del material
$P_a$	Intensidad de luz absorbida por el material

$P_t$	Intensidad de luz transmitida por el material
$P_r$	Intensidad de luz reflejada por el materia
$R$	Resistencia
$C$	Capacitancia
$Z$	Impedancia
$Z_0$ -CPE	Elemento de fase constante

## ANEXO 2-COMPONENTES USADOS EN LA SINTESIS DEL NUEVO MATERIAL

### AGUA DESTILADA

Por estar libre de iones e impurezas se usa el agua destilada para la elaboración de soluciones químicas. En esta condición el agua no posee cloruros, calcio, magnesio y fluoruros gracias a un procesos de destilación al que se somete el agua corriente (Jaramillo, 2013); su fórmula química es el H<sub>2</sub>O como se muestra en la figura 30.



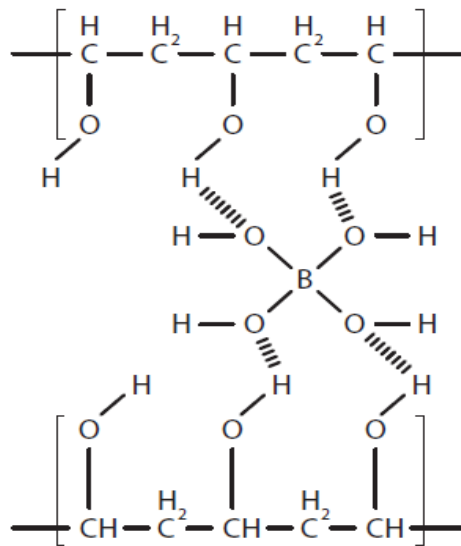
*Figura 30 Formula química del agua (Jaramillo, 2013)*

### HIDROGEL POLIOL-BORATO

Los hidrogeles de poliol-borato se obtienen mezclando un borato o sus sales con un poliol (los cuales pueden ser: manitol, glicerina, polivinil alcohol, entre otros) en solución acuosa (Chowhan *et al*, 2006). Dicho hidrogel tiene importantes aplicaciones en el ámbito medico entre las que encontramos su uso en composiciones oftálmicas o como gel para heridas (Loughlin *et al*, 2008).

Las mezclas de poliol borato a partir de PVA y THB han sido estudiadas y se han encontrado múltiples aplicaciones como lo es un gel polimérico biomédicamente superior a otros hidrogeles en términos de compatibilidad y aceptabilidad el cual ha sido ampliamente estudiado gracias a sus únicas características en cuanto a viscosidad se refiere (Loughlin *et al*, 2008), y la síntesis de un hidrogel por la técnica de congelamiento y descongelamiento para su uso en aplicaciones médicas (Echeverri *et al*, 2009).

En la figura 31 se observa la estructura química del hidrogel poliol borato, donde las cadenas poliméricas presentes en la mezcla poliol borato se forman gracias a la adición de THB en PVA (Houliston, 2009), Dicho hidrogel se ha usado en aplicaciones como actuadores y se observó una buena compatibilidad con el agua y un buen funcionamiento como matriz dinámica en un musculo artificial (Mingming *et al*, 2013).



*Figura 31 Estructura química de un hidrogel formado por la adición de Tetrahidroxiborato en polivinil alcohol (Houliston, 2009)*

### **POLIVINIL ALCOHOL (PVA)**

El polivinil alcohol es un polímero soluble en agua, biocompatible, no tóxico y con buenas propiedades mecánicas (ductilidad y buena resistencia a la tensión) (Loughlin *et al*, 2008). A partir de este polímero se pueden obtener hidrogeles por entrecruzamiento físico químico (Echeverri *et al*, 2009); el cual en la presente investigación se realiza gracias a la unión de borato en PVA mediante puentes con los grupos OH tal como se observó en la figura 31 (Houliston, 2009), la estructura química del PVA se presenta a continuación en la figura 32.

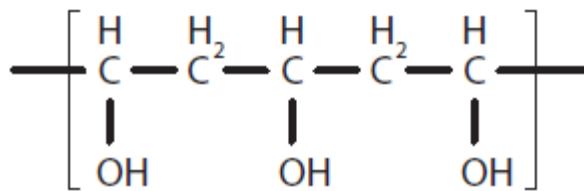


Figura 32 Estructura química del polivinil alcohol (Houliston, 2009)

### TETRAHIDROXIBORATO (THB)

Los boratos en la química son compuestos que contienen oxoaniones de boro, con boro en estado de oxidación +3 (Azbyony, 2012); en una solución acuosa se puede encontrar el borato en muchas formas, ya sea en condiciones acidas o en condiciones neutras.

El tetraborato de sodio ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ) en solución acuosa se conoce como Tetrahidroxiborato la cual es una sal común del boro mejor conocida como BORAX la cual contiene el ion hidroxoborato ( $\text{B}_4\text{O}_5(\text{OH})_4^{2-}$ ). La fórmula química completa del Tetrahidroxiborato es:  $\text{Na}_2[\text{B}_4\text{O}_5(\text{OH})_4] \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  (Gainsford *et al*, 2008).

En el ámbito de los geles poliméricos se ha estudiado el THB en la formación de hidrogeles en el contexto de la medicina para la atención de heridas (Loughlin *et al*, 2008), además se teoriza que al ser un borato su unión con un poliol podría producir un compuesto poliol-borato (Chowhan *et al*, 2006), el cual podría usarse como celda electroquímica en la síntesis de nuevos materiales (Mingming *et al*, 2013).

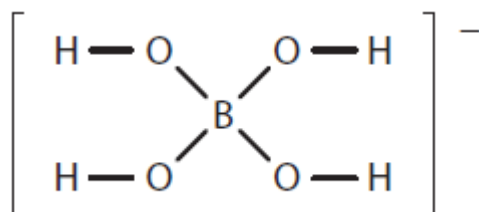
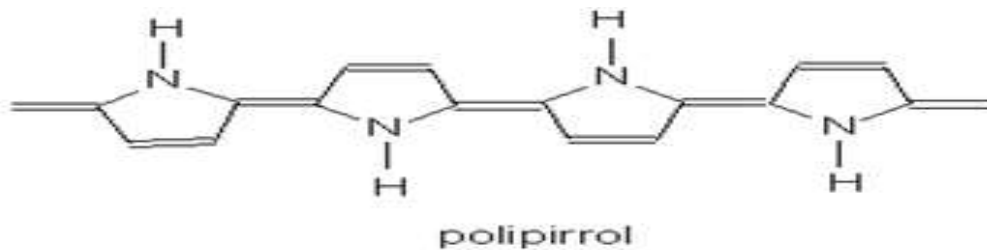


Figura 33 Estructura química de la solución de Tetrahidroxiborato (Houliston, 2009).

Como se observa en las figura 31, 32 y 33 el Tetrahidroxiborato mediante puentes con los grupos OH presentes en los compuestos de polivinil alcohol forma el compuesto poliol borato que dependiendo de la concentración de PVA y THB puede variar su viscosidad (Houliston, 2009).

### **POLIPIRROL (PPY)**

Es un polímero constituido por largas cadenas lineales creadas a partir del monómero pirrol, siendo este uno de los polímeros conductores más representativos cuya estructura puede observarse en la figura 34.



*Figura 34 Estructura química del polipirrol (Jaramillo, 2013)*

Es un polímero conductor el cual es uno de los más estudiados debido a su buena conductividad eléctrica y solubilidad, propiedades de reducción y a la relativamente fácil oxidación de su monómero (pirrol) (Arrieta *et al*, 2009), las investigaciones realizadas con PPy (polipirrol) han dado resultados que dan muestra de las buenas propiedades de este como es su uso en músculos artificiales (Bertel & Segura, 2009), aplicación en biosensores con glucosa (Min-chol *et al*, 1996), y aplicaciones en sensores de humedad (Aihua *et al*, 2009), además de esto sus optimas propiedades eléctricas se han visto reflejadas en distintas publicaciones (Tietje-Girault *et al*, 2007).

El polipirrol puede polimerizarse química o electroquímicamente, en la polimerización electroquímica el pirrol es oxidado por una oxidación anódica simple produciendo

películas poliméricas (Arribas, 1991), en el proceso de polimerización existen diversos factores que influyen en las características del proceso de polimerización y del polímero final, como son el método y el tiempo de polimerización, concentración de reactivos utilizados y el uso de sales dopante en el proceso de síntesis polimérica; investigadores han revelado la influencia de los dopantes en la polimerización de pirrol y en las propiedades electroquímicas finales de polipirrol (Arrieta *et al*, 2009); Así mismo se han adelantado estudios que revelan la influencia del tipo de electrodo usado y del potencial de polimerización para la síntesis de polipirrol (Kaplin & Qutubuddin, 1995).



## ANEXO 3-COEFICIENTE DE IDEALIDAD DE LOS 32 EXPERIMENTOS

### REALIZADOS

*Tabla 8 coeficiente de idealidad de los experimentos realizados*

#C	Pirrol (Molar)	Reactivos %m/v	LiClO <sub>4</sub> (Molar)	Tiempo (s)	Corriente (mA)	Coeficiente de idealidad obtenido de la impedancia
1	0.4	0.4	0.02	15000	1	No se obtuvo polimerizacion
2	0.6	0.2	0.02	20000	1	0.35
3	0.4	0.4	0.01	20000	0.8	No se obtuvo polimerizacion
4	0.6	0.4	0.02	15000	0.8	0.29
5	0.6	0.2	0.02	15000	1	0.33
6	0.4	0.4	0.01	15000	1	No se obtuvo polimerizacion
7	0.6	0.4	0.01	20000	1	No se obtuvo polimerizacion
8	0.4	0.2	0.02	20000	1	0.35
9	0.6	0.2	0.01	20000	1	0.33
10	0.4	0.2	0.02	20000	0.8	No se obtuvo polimerizacion
11	0.6	0.2	0.01	20000	0.8	No se obtuvo polimerizacion
12	0.4	0.4	0.01	20000	1	No se obtuvo polimerizacion
13	0.4	0.2	0.01	20000	0.8	0.37
14	0.6	0.2	0.01	15000	0.8	0.31
15	0.6	0.2	0.01	15000	1	0.30
16	0.4	0.2	0.02	15000	0.8	0.31
17	0.6	0.4	0.02	15000	1	No se obtuvo polimerizacion
18	0.6	0.2	0.02	15000	0.8	0.30
19	0.4	0.2	0.01	15000	0.8	0.28
20	0.6	0.2	0.02	20000	0.8	0.35
21	0.6	0.4	0.02	20000	1	0.36
22	0.4	0.2	0.02	15000	1	0.33
23	0.4	0.4	0.02	20000	1	No se obtuvo polimerizacion
24	0.6	0.4	0.01	15000	0.8	0.29

25	0.4	0.4	0.02	15000	0.8	0.31
26	0.6	0.4	0.01	20000	0.8	No se obtuvo polimerizacion
27	0.4	0.4	0.02	20000	0.8	0.31
28	0.4	0.4	0.01	15000	0.8	No se obtuvo polimerizacion
29	0.4	0.2	0.01	15000	1	0.34
30	0.4	0.2	0.01	20000	1	0.35
31	0.6	0.4	0.02	20000	0.8	No se obtuvo polimerizacion
32	0.6	0.4	0.01	15000	1	No se obtuvo polimerizacion

En la tabla 8 se observan los 32 experimentos realizados con su coeficiente de idealidad  $n$  (espectroscopia de impedancia), el modelo de experimentos usados para calcular el número de experimentos y la variación de reactivos y demás variables fue el modelo  $2^k$ , esto se realizó teniendo 5 factores con 2 niveles para así determinar todas las posibles combinaciones de los niveles de los factores en cada réplica del experimento.

El coeficiente de idealidad fue encontrado de la misma forma descrita anteriormente, como es de apreciarse el experimento #13 tuvo el mejor coeficiente de idealidad, lo cual se relaciona directamente con una buena densidad y porosidad por tal motivo fue escogido para los experimentos y resultados plasmados en el presente documento.

La tabla 8 también nos indica que los experimentos que tuvieron mayor tiempo de polimerizacion obtuvieron un mejor coeficiente de idealidad, esto se debe a que el monómero tuvo más tiempo para adherirse a la cara del electrodo de trabajo mejorando así su densidad y porosidad