

134
24.



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MÉXICO



FACULTAD DE QUIMICA

EXAMENES PROFESIONALES
FAC. DE QUIMICA

CARACTERIZACION DE UN SISTEMA
SENSIBLE A LA PRESION POR
MEDIO DE TINTAS CONDUCTORAS

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A :

JOSE LUIS RANGEL JARA



MEXICO, D.F.

1997

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado asignado:

Presidente	Prof. VAZQUEZ ISLAS MANUEL
Vocal	Prof. CASTAÑO MENESES VICTOR M.
Secretario	Prof. URESTI MALDONADO MARCO A.
1er. suplente	Prof. CASSAIGNE HERNANDEZ MA. DEL ROCIO
2o. suplente	Prof. RIVERA MUÑOZ ERIC MAURICIO

Sitio donde se desarrollo el tema:

**Instituto de Fisica,
Departamento de Fisica Aplicada y Tecnologia Avanzada, UNAM.**

Asesor del tema: Victor Manuel Castaño Meneses:

Supervisor técnico: Alicia del Real López:

Sustentante: José Luis Rangel Jara:

V. Castaño
Alicia del Real
J. Rangel

ALGUNAS PALABRAS ACERCA DE LA *TESIS* DE LICENCIATURA DE JOSÉ
LUIS RANGEL

Es para mí un honor que José Luis Rangel Jara, amigo y, muy pronto, Ingeniero Químico, me haya invitado a escribir algunas palabras que antecedan a su *tesis* de licenciatura. En realidad, el honor es triple. Primero, porque, a pesar de lo que muchos dicen, la *tesis* es más que un trámite. Es un ejercicio intelectual que pone en juego no sólo conocimientos, ideas e imaginación, sino también pasión y perseverancia. La *tesis* no hace a uno más capaz o más inteligente, pero ella es un trabajo en el que uno se *reconoce*. Esto es así, porque frecuentemente se trata de una primera y temprana obra de importancia teórica en la que se habla con voz propia y, en ese sentido, es una obra en la que uno se *afirma* así mismo. Si bien la *tesis* es un requisito para obtener el título profesional y ese sea un interés primordial en la vida, lo cierto es que una vez realizada ésta, adquiere una importancia de otro tipo, más espiritual, para quien la lleva a cabo.

Es también un honor porque las *tesis* llevan nombre y apellido y, en este caso, se trata de una persona a la que reconozco y admiro. No puedo sino acordarme de él en el único semestre en que fuimos compañeros en el bachillerato. José Luis es alguien que ha sabido desafiar a la adversidad y salir airoso; ni la enfermedad pudo detenerlo. Las cosas para él no fueron fáciles, sin embargo mis consideraciones a él no se reducen a su esfuerzo. José Luis es una *gran* persona. Recuerdo su solidaridad y su *cotorreo*; sus historias, unas más imaginativas que otras, y su amistad. Siempre me dijo que podía contar con él y siempre fue cierto. Mi madre divide el mundo en dos: gentes de buen y de mal corazón. José Luis de definitivamente de los primeros y me da gusto tenerlo como amigo.

Finalmente, es un honor porque a pesar de no ser químico ni la *ciencia* es mi tema, José Luis me pidió unas palabras. En efecto, mi formación es de *filósofo*, y nunca me interesado mayormente por la *filosofía de la ciencia*, aunque de alguna manera me aproximó en el estudio de la crítica de Nietzsche a la ciencia moderna como factor del *nihilismo pasivo*. Lo

bueno que tiene todo esto, es que al tener poco que decir, no engrosare realmente el libro que, espero, sea leído, revisado y estudiado por muchos estudiantes que se interesan por saber de *polímeros y semiconductores*.

Me limitaré a decir solamente que el avance tecnológico no ha venido aparejado con el acercamiento a un mundo más justo. Por el contrario, el costo de la *modernización* vertiginosa que nos acerca a formas de vida que no hace muchos años eran ciencia ficción, ha sido terrible para millones de personas que no tienen otra perspectiva que el desempleo y la miseria. Se puede producir ahora mucho más con mucho menos costo, y sin embargo muy pocas personas gozan de los beneficios. La situación se acerca al límite. La absurda idea neosmitheana de que el mercado lo regula todo y la riqueza se desparramará hacia abajo, es un dogma que ya nadie puede sostener. Como dice Immanuel Wallerstein, es tiempo de que a la *modernización* tecnológica se empareje la *modernización* humana. La pregunta es: ¿la tecnología, entendida como un proceso en el que una generación se apoya en los descubrimientos de la generación anterior, debe ser considerado como un bien de la humanidad, o, como sucede actualmente, como un bien privado?, o dicho de otra manera, ¿los avances tecnológicos pueden ser un elemento de *democratización* en su disfrute, o, por el contrario, un elemento de *elitización* creciente?. A quienes realizan avances tecnológicos aplicados a la medicina, en este caso, a la odontología, se les plantea la pregunta de manera radical.

Fernando Belanzarán, octubre 1997.



DEDICATORIAS:

A Dios ... por su infinito amor.

A mis Padres:

Perfecto Rangel Vargas y Clemencia Jara Cortéz

Quienes siempre me han prodigado su amor, paciencia y me han dado la libertad de escoger mi vida...

A mis hermanos:

Veritos, Lilianita, Susanita, Héctor por su tolerancia y comprensión.

A Kathia por su cariño sincero y ser luz y alegría de la casa...

A Ricardo, Brendita y Diana por ser el nuevo horizonte en la familia...

A mis Tíos, Primos y Padrinos...

A mis queridísimos abuelos:

José Rangel Huerta, Juana Vargas y Barbara Jara C.

AGRADECIMIENTOS:

A Andrea O'neall Quévedo:

Quién me devolvió la fe en Dios, en la vida y borro la sombra de la tristeza... Dónde quiera que estés.

Al Ruso: Quién en un instante me hizo comprender que soy un condenado a vivir... In memoriam.

A Ivonne Medina Calderón: Quién ha sido mi Feliz y áureo ángel de mis días oscuros... por su invaluable amistad.

Al *Filósofo* Fernando Belaunzarán Méndez::

Por ser una persona que inspira a defender lo que uno cree bajo los más sólidos principios del humanismo... por brindarme su amistad desde el bachillerato, que en lo particular aprecio mucho, por sus palabras acerca de mi tesis.

Al *Desadaptado* Uwe Debrödt Villaseñor:

Por creer en el "Mezcalito", por su mágica amistad y por la pintura de está tesis.

A Rocio Madrid : Por ser una extraordinaria persona y excelente profesora de Alemán.

A mis entrañables amigos y amigas que se han vuelto ausencias presentes... (La Generación Pérdida : 1996).

A mis condiscípulos y amigos:

Conny Sánchez Paredes, Fabiola Jimenez Ramos, Mendoza Ornelas Martín, Oscar Bautista Cid, Erika Pineda Chavez, Luis Eduardo Saldaña Morán, Ivette Gómez Sánchez, Perla Moreno Sánchez, Leticia Mena Gutierrez, Ercilia Suarez A., Yukari Sato D., Erick Vallejo Rubio, Guerra Flores Jaime, Edmundo Zamora Ravelo, Angélica Rodríguez Becerril, Eréndira Pereyra Perea, Iván Galán, Sandra Sánchez Zubieta, Ricardo Chavez Montes, Patricia Velasquez Coria, Greta Natalia Alfaro Torres, Abigail López, Erick Cruz Terán, Genaro García Teco, Eduardo Roa, Jorge Canduela, Edgar Guzman Castillo, Alfonso Garduño C., Eduardo "El abuelo", Ruth Villanueva, Cristina P.R., Alberto Gómez Gutiérrez y de manera muy, muy especial a Martin Lee Gore (DM) y a todas aquellas personas que me apoyaron siempre.

AGRADECIMIENTOS:

En la realización de la presente Tesis fue necesario el trabajo interdisciplinario con diversas personas de las diferentes áreas del conocimiento, demostrando en todo momento su interés para el buen fin de este trabajo, por lo que deseo agradecerles por medio de estas páginas.

Al Dr. Víctor M. Castaño Meneses, por brindarme su apoyo incondicional desde el primer momento, dándome la oportunidad de trabajar con la mayor libertad y dedicándome tiempo para aclarar dudas siendo un investigador de primer nivel y lo que más aprecio: su amistad.

Al Dr. Arturo Fernández Pedrero, quién siempre estuvo al tanto del desarrollo del presente trabajo, por sus comentarios y su invaluable amistad.

A la M.I. Alicia del Real López y la Dra. Margarita García Garduño por sus consejos para el desarrollo de la presente Tesis.

Al Sr. Edgar Méndez Moreno por su apoyo desde el comienzo en el desarrollo de este trabajo, así como las facilidades para el uso de su laboratorio.

A la Dra. María Antonieta Mondragón Sosa por la información proporcionada por la técnica de espectroscopía de infrarrojo (FTIR).

A la M.C. Jaqueline Cafetas, por el manejo del equipo de microscopía Electrónica de Barrido.

A la Dra. Carmen Vázquez Ramos por su gran ayuda en los estudios de Calorimetría Diferencial de Barrido.

Al I.Q. Gabriel Reyes Osorio y al M.C. Marco A. Uresti Maldonado por las facilidades otorgadas para el uso de su laboratorio para la *síntesis* del copolímero y por su inapreciable amistad.

Al M.C. Jorge Antonio Ascencio Gutiérrez y la Física María E. Fernández por su desinteresado apoyo en la interpretación de las micrografías obtenidas por SEM.

A mis compañeros del proyecto: Sensor Electrónico de Contactos Oculares, el Ing. Adolfo Santa Fe Dueñas, la C.D. Cristina Muñoz Ledo Belmonte y la C.D. María E. Carrillo, quienes hicieron más agradable el proyecto debido a su dedicación al trabajo, brindándome su invaluable amistad.

A mis estimadísimos compañeros de la "Baticueva" de FATA:
La I.Q. Margarita Rentería Montañez y el I.Q. Ricardo Díaz Estrada quienes
siempre me brindaron su apoyo y sobretodo su amistad que en lo
particular aprecio mucho.

A la Sra. Guadalupe Zarza por su gran don de servicio y compañerismo.

Al Dr. Octavio Novaro, director del Instituto de Física de la UNAM, por
haberme permitido formar parte de este instituto como estudiante asociado.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, por permitirme ser parte
del germen del humanismo.

A todos mis profesores, de manera muy especial al Profesor Manuel
Vázquez Islas y el Q. Barraza Ortega (In Memoriam).

INDICE

1.	RESUMEN.	1
2.	INTRODUCCION.	2
3.	FUNDAMENTOS TEORICOS.	9
3.1	Polímeros.	9
3.1.1	Base Solvente.	10
3.1.2	Hot Melt.	10
3.1.3	Basados en agua.	12
3.1.4	Polimerización en emulsión: Ventajas.	13
3.1.5	Polímeros Electro sensibles.	14
3.1.6	Polímeros Piezoeléctricos.	16
3.2	Percolación: Mecanismo de Conducción Eléctrica en Compositos.	18
3.3	Matriz polimérica: Acrilato de Metilo y Etilo (AM - AE).	20
3.4	Carga conductora : Negro de Humo.	22
3.4.1	Composición final.	24
3.4.2	Reactividad química y catalisis.	24
3.4.3	Aplicaciones eléctricas.	25
3.5	Tinta Conductora.	26
3.5.1	Tinta conductora de plata.	26
3.5.2	Tinta conductora de carbón.	26
3.5.3	Tintas Conductoras para impresoras.	27
3.5.4	Aplicaciones de la Tinta Conductora.	28
3.6	Sistema Sensible a la Presión (Transductor).	28
3.7	Tensoactivo.	36

4.	DESARROLLO EXPERIMENTAL	38
4.1	Busqueda de la matriz polimérica y determinación del Negro de Humo (NH) a emplear.	39
4.2	Procedimiento Experimental.	40
4.3	Formulación del Copolímero en Emulsión (AM - AE: M3)	42
4.4	Proceso de Polimerización.	42
4.5	Determinación del contenido de sólidos.	45
4.6	Elaboración del Composito Semiconductor.	46
4.7	Evaluación de la Resistencia Eléctrica del Composito.	46
4.8	Caracterización por Microscopia Electrónica de Barrido.	47
4.9	Caracterización por Espectroscopia de Infrarrojo (FTIR).	50
4.10	Pruebas Mecánicas: Propiedades Compresivas de Plásticos Rígidos (ASTM: D 695 - 84)	53
4.11	Pruebas Mecánicas: Método de pruebas estándar para Propiedades de Tensión de Plásticos (ASTM D 638 - 91)	55
4.12	Determinación de la Temperatura de Transición Vitrea por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).	57
4.13	Medida de Adhesión por Prueba de Cinta (ASTM D 3359 - 83)	60
5.	RESULTADOS EXPERIMENTALES.	
5.1	Obtención y caracterización del Composito Semiconductor Sensible a la Presión.	62
5.1.1	Resultados de Dispersión de el Negro de Humo	64
5.1.2	Resultados de la Caracterización Eléctrica del Composito.	67

5.1.3	Caracterización por la Prueba de Compresión.	70
5.1.4	Resultados de la Caracterización por la Prueba Mecánica de Tensión.	72
5.1.5	Caracterización por Microscopia Electronica de Barrido.	73
5.1.6	Caracterización por Espectroscopía de Infrarrojo (FTIR)	77
5.1.7	Grupos Funcionales que se encuentran en los Espectros de FTIR del Composito.	80
5.1.8	Determinación de la Temperatura de Transición Vítrea por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).	81
5.2	Obtención y Caracterización de una Tinta Conductora.	86
5.2.1	Obtención de la Tinta Conductora.	87
5.2.3	Resultados de la Caracterización por la Prueba de Adhesión	88
5.2.4	Caracterización por Microscopia Electrónica de Barrido.	89
5.2.5	Caracterización por Espectroscopía de Infrarrojo (FTIR).	91
5.2.6	Grupos Funcionales que se encuentran en los Espectros de FTIR de la Tinta Conductora.	92
5.2.7	Resultados de la Determinación de la Temperatura de Transición Vítrea por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).	93
5.3	Análisis de Resultados.	94

6.	CONCLUSIONES.	97
7.	GLOSARIO	98
8.	BIBLIOGRAFIA.	99

INDICE DE TABLAS

Tabla 1.	Mónomeros de uso común.	12
Tabla 2.	Valores de resistencia eléctrica para algunos materiales (Metales, Polímeros y compositos)	15
Tabla 3.	Propiedades físicas de los Acrilatos de Metilo y Etilo.	34
Tabla 4.	Especificaciones de los Acrilatos de Metilo y Etilo.	34
Tabla 5.	Especificaciones del Alquit Aril Poliglicol Eter .	35
Tabla 6.	Especificaciones del Persulfato de Amonio.	35
Tabla 7.	Propiedades del Surfactante PLURONIC®.	35
Tabla 8.	Negro de Humo: NEGROMEX N - 326.	37
Tabla 9.	Composición del Copolímero en Emulsión AM - AE : M3.	42
Tabla 10.	Contenido (%) de Sólidos de los Polímeros en Emulsión Utilizados.	62
Tabla 11.	% de Negro de Humo en S/ ABu / AMA.	64
Tabla 12.	Resultados de la dispersión de NH en el Copolímero ABU/MMA.	65
Tabla 13.	Resistencia eléctrica de AM - AE	66
Tabla 14.	Valores de resistencia eléctrica del composito en función de NH NEGROMEX N - 326.	70
Tabla 15.	Valores de la prueba de Tensión (a la ruptura) del composito a 30% de NH.	72
Tabla 16	Valores de Tg del AM - AE a diferentes %'s de Negro de Humo (composito) por la técnica de DSC.	81

INDICE DE FIGURAS

Figura 1.	Estructura de resina termoplástica.	11
Figura 2.	Umbral de Percolación para partículas conductoras en una matriz aislante.	19
Figura 3.	Negro de Humo: Condensación de anillos aromáticos y la deshidrogenación resultante.	23
Figura 4.	Divisor de voltaje.	31
Figura 5.	Sistema Sensible a la Presión (Primer diseño).	31
Figura 6.	Sistema Sensible a la Presión (Diseño final).	32
Figura 7.	Arreglo de las 3000 celdas sensoras.	33
Figura 8.	Equipo de síntesis del copolímero AM - AE (M3: 60-40)	44
Figura 9.	Sistema polimérico sensible a la presión de evaluación eléctrica experimental.	47
Figura 10.	Esquema del sistema de formación de imágenes en un microscopio electrónico de barrido.	48
Figura 11.	Gráfica de variación de la resistencia eléctrica (Ω) Vs. Carga (g) de la M3 de AM - AE con %'s de NH CABOT.	69
Figura 12.	Gráfica de Variación de la resistencia eléctrica (Ω) Vs. Carga (g) de la M6 de AM - AE con 30% de NH CABOT.	69
Figura 13.	Prueba de compresión del composito al 30% de NH NEGROMEX N - 326 y su variación de la resistencia eléctrica al aplicarle una carga.	71
Figura 14 a, b, c.	Micrografías del copolímero en emulsión de AM - AE	

	(Puro a 0% de NH).	73, 74
Figura 15 a, b,c y d.	Micrografías del composito a el 15 % de NH.	74
Figura 16 a, b, c y d.	Micrografías del composito a el 30% de NH.	75
Figura 17 a, b, c y d.	Micrografías del composito a el 40% de NH.	76
Figura 18.	Infrarrojo del copolímero en emulsión AM -AE (0% de NH).	77
Figura 19 .	Infrarrojo del composito a el 15% de NH .	78
Figura 20.	Infrarrojo del composito a el 30% de NH .	78
Figura 21.	Infrarrojo del composito a el 40% de NH.	79
Figura 22.	Diagrama de DSC del composito a 0% de NH.	82
Figura 23.	Diagrama de DSC del composito a 15% de NH.	82
Figura 24.	Diagrama de DSC del composito a 30% de NH.	83
Figura 25.	Diagrama de DSC del composito a 35% de NH.	83
Figura 26.	Diagrama de DSC del composito a 40% de NH.	84
Figura 27 a, b, c y d.	Micrografías de la tinta conductora.	89,90
Figura 28.	Espectro de infrarrojo de la tinta conductora.	91
Figura 29.	Diagrama de DSC de la tinta conductora.	93
Figura 30.	Sensor electrónico de contactos oclusales (S.E.C.O.)	96
Figura 31.	Podómetro digital.	96

1. RESUMEN:

En el presente trabajo se describe la obtención y Caracterización de un material composito - Polímero mas carga - semiconductor sensible a la presión el cual proporciona una respuesta eléctrica, al aplicársele una fuerza externa, la que se manifiesta por una disminución de la resistencia eléctrica conforme aumenta dicha fuerza. Este composito tiene un intervalo de resistencia eléctrica de 10 a 100 kOhms lo que permite monitorear la posición de la fuerza así como su intensidad.

Además se describe el desarrollo de una tinta conductora con un intervalo de resistencia eléctrica de 40 a 150 Ohms/cm, para diseñar circuitos flexibles.

Ambos materiales **se** han integrado para diseñar un Sistema Sensible a la Presión, cuya aplicación se enfoca en resolver una necesidad que existe en la Facultad de Odontología de la U.N.A.M. de contar con un dispositivo electrónico (Sensor Electrónico de Contactos Oclusales: SECO) con diseño ergonómico universal, para aplicarlo en pacientes que asisten a la Clínica de Prótesis Bucal de la División de Estudios de Posgrado e Investigación esta Facultad y poder así determinar con mayor precisión la posición y magnitud de la presión de los contactos oclusales, permitiendo así obtener parámetros biológicos con ayuda de el compósito semiconductor sensible a la presión.

2. INTRODUCCIÓN.

Para la realización del presente trabajo se considero y aplico el método experimental propuesto en la referencia ⁽¹⁾ desarrollado en el Instituto de Física. En dicha referencia se desglosa la metodología de obtención de un Sistema Sensible a la Presión, aunque los materiales utilizados son diferentes a los usados en el presente trabajo y además el composito semiconductor obtenido era rígido y quebradizo.

El desarrollo y empleo de una tinta conductora busca mejorar el método de manufactura de los circuitos electrónicos y eléctricos, dicha tinta será empleada para definir rutas de flujo de corriente eléctrica que son impresas por serigrafía en una base dieléctrica (MYLAR) , para así obtener un circuito flexible. El concepto de circuito flexible data desde 1904, pero desafortunadamente fue pobremente utilizado. El uso del circuito flexible ha experimentado un dramático crecimiento y progreso durante la década pasada, resolviendo los problemas creados por la revolución de la información y la nueva ola electrónica por lo que fue el suceso de los 80's.

Para la obtención del material compuesto semiconductor y tinta conductora es necesario tener una matriz polimérica, la cual por si sola, se comporta como material aislante, aunque por su composición y estructura pueden cubrir una gran variedad de aplicaciones prácticas importantes. Existen polímeros que exhiben conductividad iónica -polielectrolitos-, otros que muestran conductividad electrónica y también aquellos otros que bajo irradiación exhiben un cambio importante en una o más de sus propiedades.

Los polímeros orgánicos de interés en el presente trabajo son aquellos que pueden presentar conductividad eléctrica y que pueden comportarse como materiales conductores o semiconductores con sistemas que muestran características piezoeléctricas.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Un camino sencillo para introducir en un material polimérico un cierto grado de conductividad electrónica es el de cargarlo con polvo finamente dividido de un material conductor, tal como plata, aluminio o negro de humo; el grado de conductividad electrónica dependerá de la relación en peso de ambos componentes, de sus conductividades intrínsecas y de la distribución aleatoria de la carga.

Diversas empresas, entre otras ICI, Raychem, Hoechst y Texas Instruments están comercializando una buena variedad de dispositivos de calentamiento en los que se utilizan polímeros tales como Polietileno, Polipropileno, Nylon, Poliésteres y Teflón con cargas conductoras como polvos de aluminio, cobre y negro de humo ⁽²⁾.

Este fenómeno ha llevado también a una aplicación mucho más sofisticada de estos plásticos de discos cargados con materiales conductores, como es la del diseño de discos audio-video.

Así el "RCA Vista Disk " parece un disco normal pero realmente está hecho de un copolímero especial de cloruro de vinilo cargado con negro de humo, posee un sistema de surcos extremadamente finos que transportan simultáneamente las señales de video-audio y color.

Estas aplicaciones son sólo algunos aspectos de los polímeros cargados con un material conductor, lo cual permite vislumbrar la importancia de desarrollar un compuesto semiconductor sensible a la presión, así como la tinta conductora para elaborar un sensor. El objetivo de la elaboración del compuesto es su uso en el SECO, facilitar el diagnóstico y mantenimiento de la longevidad de la propia dentición por parte del odontólogo, por lo que se hace una breve revisión de lo que es la oclusión y su desarrollo, así como algunas propiedades que debe cumplir el compuesto de resistencia mecánica para su uso en el SECO.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

La oclusión se define como la relación funcional y disfuncional entre un sistema integrado por dientes, estructuras de soporte, articulaciones y componentes neuromusculares.

Una de las principales funciones del sistema masticatorio es la de ejercer y distribuir fuerzas musculares, mismas que pueden variar por diversos factores, entre ellos la inclinación de las cúspides y de la eminencia articular; en cuanto más sea ésta la resultante será una potencialización de las fuerzas⁽³⁾.

El interés por la fuerza ejercida por los músculos masticadores data del siglo XVII ya que el mayor impacto de mordida humana reportada en la literatura se encuentra en una publicación de Borelli de hace poco más de 300 años en Roma, Italia⁽⁴⁾. En bibliografía más contemporánea se encuentra que la potencia oclusal en esquimales de Alaska es de 158 kilogramos de donde, si se consideran las características de dureza de alimentación que hay en otras regiones y bajo otras circunstancias se ingieren, no se pueden comparar con la dieta congelada de los esquimales; sin embargo, también se sabe que en pacientes bruxistas las fuerzas pueden incrementarse hasta 443 kilogramos⁽⁴⁾.

Helkimo, en 1976 también reporta un estudio en el que se encuentran valores promedio de 30 kilogramos en la región de los molares, 19 kilogramos en el caso de los premolares, 15 kilogramos para caninos y 14 en el área de incisivos⁽⁵⁾.

El constante desarrollo en la práctica odontológica ha propiciado la necesidad de realizar un sistema capaz de registrar la localización, secuencia y fuerza de los contactos oclusales por medio de un dispositivo construido con sensores sensibles a la presión con un composito resistente a la temperatura, químicos y humedad.

Para éste efecto, entender la naturaleza del contacto total en la dentición natural es muy importante, a fin de obtener un correcto diagnóstico y mantenimiento de la longevidad de

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

la propia dentición natural, para tratamiento de disfunción mandibular y la planeación de la odontología restauradora, entre otras cosas. Cuando se realizan cambios en las superficies oclusales debido a la adaptación funcional o restauraciones nuevas se puede causar pérdida de equilibrio y crearse oclusión patológica.

Los contactos oclusales ocurren durante los movimientos funcionales y parafuncionales de la mandíbula que están algunas veces relacionados con expresiones faciales u orales de emoción. Estos contactos dentales funcionales y parafuncionales están influenciados por la actividad colectiva de los músculos mandibulares, coordinados por el sistema nervioso central y periférico. Cualquier alteración en la fisiología neural normal muscular tendrá probablemente cierto efecto en los contactos oclusales.

El área total de contacto oclusal en posición intercuspídea ha sido medida por diferentes métodos para diferentes propósitos, incluyéndose para tal efecto el uso de cera, de compuestos modelados y de papeles indicadores.

A pesar de la importancia de los contactos oclusales, poca literatura ha sido presentada en lo que respecta a la investigación de la calidad, número y áreas de contacto de dentición, con alineación normal. Parece ser que solamente a partir de los 80's comienza a evolucionar y a desarrollarse un sistema informático específico, en el que se atiende al estudio de este particular considerando la legítima preocupación del profesional de la odontología por acceder a un medio más exacto de medición y registro de contactos oclusales.

Las variaciones en la presión oclusal pueden deprimir al diente que contacta primero, permitiendo a otros dientes contactar. Si los múltiples contactos ocurren de esta manera, el análisis cuantitativo de estos no distingue entre el diente que contacta primero y el diente con el que después toca. Para determinar con precisión la armonía oclusal, es necesario

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

establecer la secuencia del contacto dental dado por una relación articular, sin embargo, actualmente no se cuenta con un método y/o con un equipo específico y confiable para comprobar las relaciones oclusales de nuestros pacientes.

Hellman en 1921, describe 4 formas de contacto dental:

- a) Superficial
- b) Punta de cúspide con fosa
- c) Arista de cúspide con surco
- d) Arista de cúspide con borde marginal.

El manifestó que hay 138 contactos posibles en una dentición con oclusión normal.

En los años 70's Myeres y Anderson estudiaron la naturaleza de los contactos dentales en 32 adultos clasificándola en seis tipos:

- a) De no oposición dental
- b) Sin contacto con el diente antagonista
- c) De contacto con superficie plana
- d) De contacto con un plano inclinado
- e) De contacto con dos o más planos inclinados convergentes; planos en cada lado de la fosa
- f) De combinación de una superficie plana y un plano inclinado. Siendo este contacto el de mayor incidencia.

La revisión de la literatura revela que a principios de los 80's solo existían métodos no prácticos para precisar el análisis cuantitativo de los contactos oclusales. Años después el método Foto-oclusión (Photocclusión method) fue introducido para cuantificar el análisis de las tensiones inducidas en una lámina de medición fotoplástica, referida posteriormente como una lámina de memoria.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

En 1986 Gazit realizó un estudio que tenía por finalidad diversos análisis:

- I. Examinar clínicamente la productividad de la técnica foto-oclusión comparandola con dos récords oclusales consecutivos y récords realizados a intervalos de un mes.
- II. Examinar la reproductividad de los papeles de articular o indicadores bajo mismas condiciones y;
- III. Comparar la localización y registro de los contactos con esas dos técnicas.

Sus resultados demostraron que ninguna técnica es altamente reproducible; sin embargo el método foto-oclusión es mas reproducible que el papel de articular.

En 1991 Wayne et alius examinan la confiabilidad y validez de los últimos sensores y establecen el promedio de la fuerza umbral requerido para grabar un contacto oclusal interceptivo conocido. El proyecto fue diseñado para medir repetidamente la validez de los resultados idénticos. Los datos obtenidos sugieren que el dentista únicamente debería asentar dos registros con cada sensor por que un tercero no es exacto.

A causa de todo lo anteriormente expuesto y dada la importancia de esta temática en la salud dental, conociendo que las alteraciones en las relaciones oclusales pueden causar hipermovilidad de dientes, desgaste excesivo, hipersensibilidad, desequilibrio de músculos masticatorios, establecimiento de hábitos orales nocivos y fracturas de cúspides dentarias entre muchas otras cosas. Esto fue una gran fuerza motivadora para el desarrollo de la presente investigación, debido a que transformará profundamente la práctica dental en lo que a prevención, diagnóstico y tratamiento de esta alteración corresponde ya que con un dispositivo de detección y registro de información oclusal podemos conocer y formar un historial clínico respecto al inicio y desarrollo de un trabajo dental particular a fin de poder

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

evaluarlo con la mayor fidelidad posible y de tal manera que sea posible detectar y corregir probables fallos.

Existe en el mercado un sistema, que cuantifica la intensidad de los contactos oclusales llamado "T - Scan"⁽⁶⁾ utiliza para la medición de las fuerzas oclusales un polímero piezoeléctrico que es producido con menos de 2 mm de espesor, no sólo permiten estudiar la fuerza máxima de mordida, sino las fuerzas generadas durante la masticación simulada y cuando la mandíbula es estabilizada para la deglución y contracción de músculos elevadores⁽⁷⁾.

3. FUNDAMENTOS TEÓRICOS.

3.1 POLÍMEROS.

Los polímeros son grandes moléculas que están formadas de muchas unidades pequeñas llamadas monómeros. La combinación de muchos monómeros conduce a la formación de macromoléculas siendo conocidas como polímeros.

Las características de éstos puede relacionarse con la naturaleza de los monómeros, así como las interacciones intra- e intermoleculares del seno de las macromoléculas.

De manera general, se define a los elementos semiconductores como materiales cuya resistividad se encuentra comprendida entre la de los aislantes (10^{12} Ohms/cm) y la de los conductores (10^{-5} Ohms/cm), este concepto de conductividad será aplicado en el presente trabajo en la obtención del composito semiconductor con una resistencia eléctrica de 10^3 a 10^5 Ohms/cm y la tinta conductora tendrá una resistencia eléctrica de 40 a 150 Ohms/cm.

Para la elaboración del composito semiconductor y de la tinta conductora fue necesario considerar cual era la matriz polimérica adecuada para nuestros propósitos, por lo que fue necesario revisar los tres tipos de polímeros sensibles a la presión existentes y que son:

- Base solvente.
- Hot melt.
- Base agua.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Para ello se compararon sus principales características y se escogió el tipo de polímero que facilitaba la mejor dispersión de la carga conductora, de tal modo que lo hiciera lo más sencillo posible.

3.1.1 BASE SOLVENTE.

Este tipo de polímeros tiene tres tipos de componentes que son: un elástomero, que provee la fase elástica, el adhesivo (tackifier) y el portador.

Con la ventaja de los hules sintéticos y otros polímeros, se tiene una gran cantidad de elástomeros a nuestra disposición incluyendo hule de butilo, estireno-butadieno, poliisopropeno y más recientemente hule termoplástico, que son un bloque de copolímeros de estireno con butadieno o isopreno, así como polímeros acrílicos. Los elástomeros de Silicón están disponibles para aplicaciones especiales, para uso a elevadas temperaturas. Es característico de estos materiales que la viscosidad sea controlada por la cantidad de solvente.

3.1.2 HOT MELT.

Los hot melt sensibles a la presión son dominados por hules termoplásticos, que son ideales para usar en esta aplicación. Sus propiedades provienen de su estructura esencialmente de dos fases, estas propiedades son similares a aquellos hules vulcanizados a temperatura ambiente, permitiendo un comportamiento como termoplástico cuando es calentado o disuelto. Esta estructura se ilustra en la fig. 1.

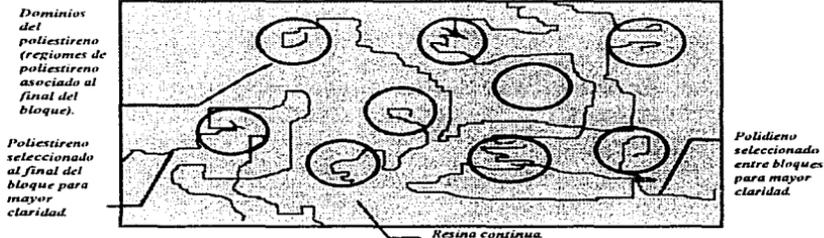
Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Al principio los polímeros hot melt sensibles a la presión eran copolímeros de etileno-vinilacetato usados como elástomeros, más recientemente los éteres de vinilo y resinas acrílicas, las cuales se están desarrollando especialmente para superficies polares.

La diferencia entre los adhesivos basados en solvente y los hot melt, es que en estos últimos la viscosidad no puede ser controlada con solventes y debe, en cambio, ser controlada por temperatura o por formulación.

Debido a que los hot melt sensibles a la presión son típicamente aplicados a temperaturas entre 120 y 160 °C, la resistencia al calor es un factor crítico. Los dobles enlaces aceleran la oxidación, principal pérdida de la adhesividad (tack), donde la adherencia resulta usualmente del incremento de la adhesividad (tack).

Fig. 1 Estructura de resina Termoplástica⁽³⁾



Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

3.1.3 BASADOS EN AGUA.

Existen varias dispersiones que están disponibles cuya forma plana sin modificar exhibe una agresiva adherencia (tack), especialmente a sustratos polares. Son producidos por técnicas convencionales de polimerización en emulsión, sus propiedades pueden ser variadas por el cambio de relación de los o alguno de los monómeros. Una emulsión puede usualmente consistir de mínimo dos monómeros, uno de alta temperatura de transición vítrea (T_g) y otro con bajo valor de temperatura transición vítrea (T_g) y la proporción de los dos puede determinar las propiedades finales de la película. La tabla 1 lista los valores de T_g de monómeros de uso común.

Pueden ser formulados con monómeros para curar por catalisis, calor o radiación y así mejorar la funcionalidad de la película especialmente a altas temperaturas. Los sistemas basados en agua tienen buenas características, resistiendo los efectos del calor, luz ultravioleta y oxidación, el uso de antioxidantes normalmente no es necesario.

Tabla 1. ^(3,4)
Monómeros de uso común.

Monómeros suaves	T_g (°C)	Monómeros duros	T_g (°C)
Acrilato de butilo	-54	Metilmetacrilato	105
Acrilato de isobutilo	-40	Vinilacetato	29
Acrilato 2-etil hexilo	-85	Estireno	100
Acrilato de etilo	-22	Acilonitrilo	100
		*Acrilato de metilo	10

3.1.4 POLIMERIZACIÓN EN EMULSIÓN.

Como ya se indicó anteriormente, es una polimerización en la cual se usa agua en lugar de los disolventes utilizados como medio de dispersión. Los monómeros al ser generalmente insolubles en agua, se emulsionan con agentes emulsificantes, frecuentemente en presencia de coloides protectores, reguladores de pH y de un iniciador soluble en el medio acuoso. El resultado de una polimerización es un látex (dispersión acuosa del polímero).

VENTAJAS:

- El estado físico de la emulsión permite controlar el proceso con más facilidad.
- Los problemas térmicos y de viscosidad son mucho menos significativos que en la polimerización en masa.
 - Se puede lograr una disminución en el peso molecular de un polímero sin alterar la velocidad de polimerización.
 - Debido a sus especiales mecanismos de reacción, la polimerización en emulsión tiene la ventaja de ser capaz de lograr simultáneamente altos pesos moleculares y altas velocidades de reacción.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

3.1.5 POLIMEROS ELECTROSENSIBLES.

Debido a las características que muestran los polímeros basados en agua se optó por este tipo de polímeros, ya que sus características hacen más sencilla la dispersión de las partículas conductoras de negro de humo, además de que muestra buena resistencia a los efectos del calor, luz ultravioleta y oxidación. El producto obtenido es curado por calor o radiación lo cual hace que su manufactura sea más económica.

Es bien sabido desde hace tiempo que los plásticos y los hules cuando se cargan con polvo finamente dividido de un material conductor, tal como plata, aluminio, cobre o negro de humo muestran conductividad eléctrica^(1,2,8).

Por este procedimiento, se obtienen polímeros eléctricamente conductores, el cual se utilizará como una interconexión eléctrica formada entre dos superficies enlazadas.

Con el fin de tener una idea de los órdenes de magnitud de la resistencia eléctrica, esta es comparada entre polímeros, composites y metales puros en la tabla 2.

Existen dos tipos de polímeros conductores: los materiales convencionales que conducen electricidad igualmente en todas direcciones (conductores isotrópicos) y aquellos materiales que conducen en una sola dirección (conductores anisotrópicos). Los materiales isotrópicamente conductores son típicamente formulados por la adición de partículas de metal a una matriz polimérica, la cual excede el umbral de percolación (P_c), resultando en un material conductor. La corriente eléctrica es conducida a través del composite por contacto

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

partícula-partícula. Los materiales anisotrópicos son preparados por la dispersión aleatoria de partículas conductoras en una matriz polimérica a una concentración por abajo del umbral de percolación (P_c), obteniéndose materiales dieléctricos o aislantes. La percolación es el mecanismo de conducción eléctrica el cual será explicado más adelante.

El umbral de percolación (P_c), es la diferencia entre un material polimérico aislante y uno conductor, el punto intermedio es un material semiconductor, cuyo valor de resistencia dependerá de la aplicación.

Tabla 2
Valores de resistencia eléctrica para algunos materiales (Metales, Polímeros y compositos).

Material	Resistencia (Ohms/cm)
Plata	1.6×10^{-3} *
Cobre	1.7×10^{-3} *
Aluminio	2.7×10^{-3} *
Soldadura (Pb/Sn)	15×10^{-3} *
Epoxi conductor	aprox. 500×10^{-3} *
Carbón	3000×10^{-3} *
Compositos antestáticos	aprox. 10^1 *
Resina epoxica	aprox. 10^{15} **
Silicón (Composito)	1×10^3 **
Oro	2.4×10^{-3} ***
Hierro	10×10^{-3} ***
Niquel	6.8×10^{-3} ***

* (2), ** (8), *** (10)

3.1.6 POLIMEROS PIEZOELÉCTRICOS ⁽²⁾.

En un principio, todas las observaciones sobre fenómenos eléctricos giraban sobre la triboelectricidad de las resinas naturales y polímeros fibrosos tales como el ámbar o la lana. Recientemente se ha observado que películas delgadas de polifluoruro de vinilo muestran un comportamiento piezoeléctrico fuerte, que ha permitido su uso en aplicaciones prácticas interesantes en muchos sistemas electroacústicos.

La piezoelectricidad es un fenómeno que se manifiesta al ejercer una presión sobre el material manifestándose una diferencia de potencial haciendo más conductor dicho material.

El polifluoruro de vinilo cristaliza bajo condiciones normales, de tal forma que las cadenas individuales poseen una conformación helicoidal similar a la del polisisobutileno y a la del policloruro de vinilo. Sin embargo, si una película de este material se estira por tracción a elevadas temperaturas se origina un cambio en su conformación molecular pasando a una forma en zigzag planar con dos átomos de hidrógeno y dos de flúor en cada átomo de carbono. Las mismas cadenas y sus cristales se orientan moderadamente en la dirección de la deformación; se extienden en el plano de la película, pero pueden rotar al azar alrededor del eje de su propia cadena. Si se lleva una película en estas condiciones a una temperatura por encima de su T_g dentro de un campo eléctrico de moderada fuerza y se enfría a continuación por debajo de su T_g bajo la influencia de su campo, los segmentos de las cadenas individuales rotan con una cierta preferencia hacia posiciones tales que los átomos de flúor se dirigen al electrodo positivo del campo mientras que los átomos de hidrógeno lo hacen al electrodo negativo.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

De esta forma la película se transforma en un dipolo permanente exhibiendo un comportamiento piezoeléctrico, representando un transductor tenaz, delgado de extensión prácticamente ilimitada; se corresponde con el cristal de cuarzo como una película polaroide a un prisma Nicol. Se busca que en poco tiempo se apliquen estos sistemas a base de polifluoruro de vinilo en aparatos de prótesis auditivas, altavoces, dispositivos de calentamiento por ultrasonido, detectores de sonido y muchas otras aplicaciones.

3.2 PERCOLACIÓN:

MECANISMO DE CONDUCCIÓN ELÉCTRICA EN COMPOSITOS.

El mecanismo de conducción eléctrica se explica por la teoría de Percolación, que permite estimar propiedades de sistemas desordenados a nivel macroscópico. La dispersión de un material conductor como el negro de humo en una matriz polimérica da por resultado un compuesto. Incrementando la concentración de partículas conductoras en una matriz polimérica aislada cambian las propiedades eléctricas de el compuesto obtenido en una forma discontinua, debido a que existe una dispersión aleatoria de las partículas conductoras, aunque la concentración se incrementa no significa que ocurra cambios bajo una concentración crítica, P_c . Este punto, donde la resistencia eléctrica decrece drásticamente, se le llama umbral de percolación (P_c), el cual se atribuye a la formación de una red de cadenas de partículas conductoras que abarca a el compuesto. Un dibujo bidimensional muestra a un polímero conductor por abajo de P_c y arriba de P_c (ver Fig. 2).

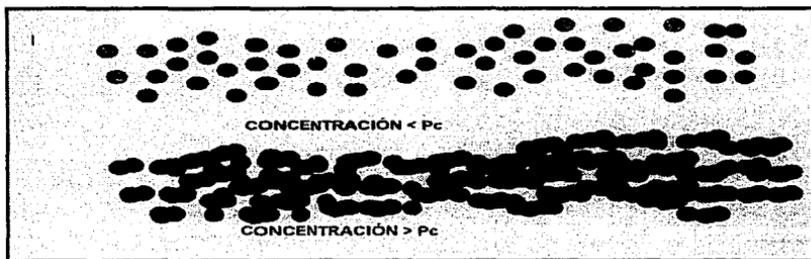
Estudios experimentales y teóricos de el fenómeno de percolación han sido reportados ⁽⁶⁾. En materiales aleatorios y macroscópicamente homogéneos se ha demostrado que en las concentraciones de partículas de metal por abajo del umbral de percolación ($P < P_c$) existe un pequeño rango de percolación de longitud, ξ . Este rango se manifiesta mostrando un material aislante si ξ es muy pequeño y un material conductor si $\xi \rightarrow \infty$, ya que la concentración del material conductor se aproxima a P_c , y el compuesto comienza a ser isotrópicamente conductor.

La concentración de partículas conductoras requeridas para mostrar el P_c ha sido reportado en un intervalo del 1 - 40 % vol. Estos valores son provocados por varios factores incluyendo técnicas de procesamiento, tamaño de partícula en sistemas relativamente

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

monodispersos, distribución del tamaño de partícula y el radio de la partícula. El ordenamiento de la partícula es un factor que puede influenciar el principio de percolación. Dependiendo de como las propiedades eléctricas de alguna muestra sean medidas, el valor observado para P_c puede estar arriba o abajo del mismo en un sistema verdaderamente aleatorio. El tamaño de la partículas conductoras relativo a alguna estructura presente en la matriz del polímero también puede afectar el valor de P_c .

Fig.2 Umbral de percolación para partículas conductoras en una matriz aislante ⁽⁸⁾.



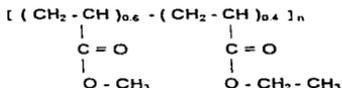
3.3 MATRIZ POLIMÉRICA:

COPOLÍMERO DE ACRILATO DE ETILO Y ACRILATO DE METILO (AE - AM) ⁽¹¹⁾.

Este copolímero entra dentro de la clasificación de los polímeros basados en agua, es producido por la técnica de polimerización en emulsión y sus propiedades son variadas por el cambio de relación de los o algunos de los monómeros, uno de alta Tg (AM Tg=10°C) y otro de baja Tg (AE Tg=-22 °C), cuya proporción entre los dos determina las propiedades finales de la película.

Este trabajo se realizó por nuestro equipo de trabajo en el Instituto de Física y en el se realizaron 6 síntesis con diferentes relaciones entre los monómeros de (AM) y (AE), manteniendo fijas las cantidades de catalizador y el surfactante.

La estructura de el copolímero es la siguiente:



Una emulsión es un sistema de dos o más líquidos inmiscibles o parcialmente miscibles, contenidos en dispersión por pequeños porcentajes de sustancias llamadas emulsificantes, encontrándose una fase en forma de glóbulos dispersa en otra y el líquido circundante es la fase continua.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

El producto formado de una polimerización en emulsión es una dispersión de partículas sólidas extremadamente pequeñas en un medio acuoso y no una emulsión propiamente dicha a pesar de que así se llama.

Una dispersión es un sistema coloidal compuesto de una fase dispersa (que a temperatura ambiente es un sólido) y una fase dispersante (que a temperatura ambiente es un líquido). La fase dispersa también se denomina discreta, discontinua o externa. Si la fase dispersante es líquida a temperatura ambiente, el sistema se denomina sol; si el líquido es agua el sistema se denomina hidrosol.

Las emulsiones acrílicas están compuestas de dispersiones de partículas de polímero extremadamente finas en un medio no solvente, usualmente en agua. Están casi siempre preparadas de monómeros acrílicos (algunas veces copolimerizados con monómeros de estructura química diferente como estireno o acetato de vinilo), agua, coloide protector, surfactante, iniciadores catalizadores, reguladores de acidez, modificadores y auxiliares antiespumantes.

Se le conoce como polímero acrílico, a los compuestos que contienen ácido acrílico ($\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH}$) o ésteres del ácido acrílico ($\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOR}$) (Acrilatos). Existen otro tipo de compuestos que tienen el prefijo "acril", que no se incluyen dentro de los acrílicos, que son compuestos como el acrilonitrilo ($\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CN}$) y acrilamida ($\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CONH}_2$). Los monómeros acrílicos, alquil acrilatos y metacrilatos, ácido acrílico y metacrílico, tienen una doble funcionalidad, como compuesto vinílico y como éster. La polimerización se efectúa en el enlace vinílico iniciado por radicales libres.

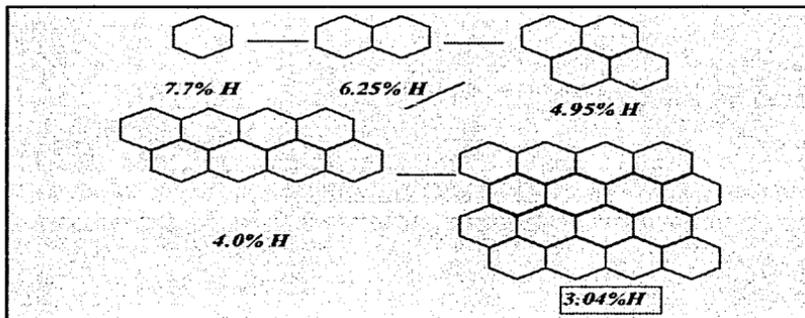
3.4 CARGA CONDUCTORA: NEGRO DE HUMO ^(12, 13, 14).

Se eligió a el negro de humo como carga conductora, debido a que es un material que es fácilmente dispersable en la matriz polimérica de AE-AM en comparación con el grafito y los metales, ya que presenta un tamaño de partícula del orden de 100 a 5000 Å siendo ésta la característica más importante y tiene un área superficial que varía de 6 a 1100 m²/g lo cual facilita su dispersión en la matriz polimérica.

El negro de humo es un material de tamaño de partícula muy pequeño, siendo su principal elemento constitutivo el carbón. Es fabricado por descomposición térmica de aceite y/o gas bajo condiciones cuidadosamente controladas. El negro de humo es formado por medio de combustión, la cual se realiza en una atmósfera con deficiencia de oxígeno.

Los átomos de carbón en el negro de humo están predominantemente en forma de núcleos aromáticos, los cuales tienden a tener posición laminar o sea que estarán como hidrocarburos aromáticos policíclicos de alto peso molecular (Fig. 3) . Algunos átomos de carbón se presentan en estructuras no aromáticas y son conocidos como átomos de carbón al azar. Esta estructura puede llegar a ser representativa de una cantidad significativa del total de átomos de carbón en el negro de humo.

Fig. 3
Negro de Humo: Condensación de anillos aromáticos y la deshidrogenación resultante.



Los factores que hacen que un negro de humo sea diferente de otro son:

- 1) Tamaño del nódulo y área superficial.
- 2) Composición superficial e interior.
- 3) Tamaño y forma de los aglomerados.
- 4) Organización atómica.

Con el objeto de caracterizar un negro de humo, se necesita fijar un determinado número de propiedades básicas o fundamentales y estas pueden ser listadas como sigue:

- 1) Tamaño de partícula.
- 2) Área superficial.
- 3) Estructura.
- 4) Composición final.

3.4.1 COMPOSICIÓN FINAL.

El contenido de oxígeno e hidrógeno de los N.H. es controlado por el fabricante de estos, mediante variaciones del combustible, reactor y otros equipos y un cuidadoso ajuste de las condiciones de operación. El contenido de oxígeno debe también ser mantenido relativamente uniforme para evitar un gran número de problemas en caso de realizarse una vulcanización.

3.4.2 REACTIVIDAD QUÍMICA Y CATALISIS.

Uno de los aspectos del negro de humo, que frecuentemente no es tomado en cuenta, es que este material es químicamente reactivo y que posee ciertas propiedades catalíticas. El negro de humo tiene un área específica de superficie comparativamente a otros materiales, bastante grandes, en base a esto ha sido posible seguir las reacciones químicas que ocurren en ella; mediante análisis elementales de alta precisión o análisis con trazadores radioactivos.

El negro de humo es básicamente un donador de e^- y un catalizador básico. El oxígeno encontrado en su superficie normalmente está en forma de grupos ácidos y reduce las características básicas del negro de humo.

El contenido de oxígeno de un negro de humo es reactivo con la mayoría de los materiales que reaccionarían normalmente con quinonas, fenoles y lactonas o sus productos al ser hidrolizados (ácidos carboxílicos y fenoles). Los reactivos incluyen iones y radicales libres. En realidad es difícil encontrar un reactivo que bajo condiciones específicas no muestre acción química con el negro de humo.

Las reacciones catalizadas por el negro de humo incluyen modificación en los sistemas de vulcanización, algunas otras, las cuales han sido estudiadas por Puri, muestran descomposición de peróxido de hidrógeno, peróxido de benzoilo y reacciones con bromo y otros elementos.

3.4.3 APLICACIONES ELÉCTRICAS.

Las propiedades eléctricas del negro de humo dependen de sus propiedades físicas y químicas y estas son: el tamaño de partícula, estructura, pureza superficial y estructura cristalina interna. Su resistividad decrece con:

- a) Un incremento en la estructura de el negro de humo.
- b) Una disminución del tamaño de partícula.
- c) Más orientación de los cristales grandes.

La presencia de oxígeno volátil o impurezas de grasas incrementan la resistividad.

Usualmente los polimeros son cargados en un intervalo de 10 a 40 % en peso de negro de humo, con el grado de dispersión suficiente para distribuir las partículas y exponer en la superficie a el negro de humo y darle un grado de conductividad a el polímero.

3.5 TINTA CONDUCTORA ^(15, 16, 17, 18)

En el método PTF (Polymer Thick Film) se utilizan las tintas conductoras como rutas de flujo de corriente. Una tinta es un líquido, material de alta viscosidad, el cual puede ser aplicado selectivamente a un sustrato dieléctrico por un proceso de impresión. La tinta consiste de un fijador, que puede ser una resina o un producto inorgánico y usualmente un relleno sólido, el cual le imparte cualidades estéticas (gráficas) o características eléctricas, por lo que cambian las propiedades reológicas.

Existen en el mercado dos diferentes tipos de tintas conductoras tales como:

3.5.1 TINTA CONDUCTORA DE PLATA.

Las tintas conductoras son generalmente hechas por plata cargada dentro de un resina o polímero ligante, el cual puede ser de Epoxi, Poliuretano o una mezcla de ambos⁽¹⁶⁾. El tipo más común de tinta de plata usa un termoplástico ligante en un solvente. Este solvente permite que la tinta cargada con plata pueda ser impresa con la justa viscosidad y suficiente vida media.

3.5.2 TINTA CONDUCTORA DE CARBÓN.

El uso de partículas de carbón en lugar de partículas de plata tiene dos importantes consecuencias. La resistencia es incrementada por tres órdenes de magnitud, además de que la resistividad de la tinta de carbón es alta y puede ser variada de 40 a 100 000 Ohms. Este

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

amplio rango de resistividad permite un buen resistor de carbón a ser impreso. Una segunda diferencia importante para las tintas de carbón es la de ser inertes. A diferencia de la plata, las tintas de carbón no pueden sufrir electromigración, esto hace que la tinta de carbón sea una buena selección para interruptores de contacto donde el potencial de migración del metal se da, la tinta de carbón puede ser impresa sobre la tinta de plata.

Un parámetro importante eléctrico de el resistor es el TCR (Coeficiente de Temperatura de la Resistencia), el cual mide el incremento en la resistencia debido a el ascenso de temperatura. Un valor positivo de TCR indica un incremento en la resistividad cuando asciende la temperatura, un valor negativo indica un decremento.

Otra característica importante de el material es la temperatura de transición vítrea (T_g). Esta temperatura puede ser interpretada como la transición de la fase cristalina a temperatura plástica de el polímero ligante en la tinta de plata. Esta temperatura puede ser determinada usando el instrumento examinador diferencial calorimétrico (DSC) donde la temperatura es monitoreada sobre una muestra seca totalmente cargada y una vacía. La tinta de plata pierde su rigidez en forma mecánica una vez excedida esta temperatura.

3.5.3 TINTAS CONDUCTORAS PARA IMPRESORAS ⁽¹⁷⁾.

Este tipo de tintas se utiliza para impresoras de inyección, la cual es una mezcla acuosa de pigmentos, agua desmineralizada y electrolitos (LiCl , NaOH) en donde estos últimos determinan en función de la cantidad que se agregue, la conductividad de la tinta. Estas tintas tienen una conductividad entre 40 y 150 Ohms/cm.

3.5.4 APLICACIONES DE LA TINTA.

Una aplicación muy interesante de la tinta de carbón es en la que se incorpora a una Tercera Generación de Biosensores de Glucosa ⁽¹⁸⁾, el cual mide amperometricamente a un bajo potencial las concentraciones de la glucosa, independientemente de la concentración de oxígeno, pudiéndose utilizar en aplicaciones aerobias así como anaerobias. Esta tinta puede ser utilizada para producir biosensores impresos.

3.6 SISTEMA SENSIBLE A LA PRESIÓN (TRANSDUCTOR).

Los sistemas sensibles a la presión son aquellos que nos proporcionan un cierto tipo de respuesta cuando se le aplica una fuerza física.

Esta respuesta depende de la naturaleza del sistema y consiste en el cambio de una o más propiedades del sistema, como pueden ser cambios en la coloración, aspecto, formas; o bien, por ejemplo en la generación de una diferencia de potencial como ocurre en los piezoeléctricos, la cual es la propiedad que nos interesa.

Algunos sistemas poliméricos (Compósitos) semiconductores presentan como respuesta a la aplicación de una fuerza, una disminución a la resistencia presentada al paso de una corriente eléctrica a través de él. Esta repuesta es inversamente proporcional a la fuerza aplicada y por lo tanto conforme más fuerza se aplique menor será la resistencia que se oponga al paso de la corriente eléctrica.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Para construir un sistema sensible a la presión se requiere de un circuito impreso y un compósito semiconductor. Estos sistemas tienen aplicaciones casi ilimitadas en lo que se refiere a aplicaciones, siendo una de ellas la elaboración de un Sensor Electrónico de Contactos Oclusales (SECO). El propósito de este sensor será el de medir y localizar la fuerza ejercida por el contacto de los dientes del paciente en la oclusión (mordida).

El compósito semiconductor debe ser elástico y debe recuperar su forma rápidamente. Esto implica que debe soportar la presión aplicada sin tener una deformación muy grande, que la deformación que pueda sufrir se pierda en cuanto deje de aplicarse la fuerza, recuperando su forma original en corto tiempo y por último, no debe quebrarse ante la aplicación del esfuerzo.

El sistema sensible a la presión que se elaborará, es para aplicarlo en el Sensor Electrónico de Contactos Oclusales, por lo que debe cumplir con ciertas características que lo hagan confiable en la adquisición de datos y confortable para el paciente, por lo que debe cumplir con lo siguiente:

- Ser desechable y económico o en su defecto esterilizable. Así se evitaria el contagio de enfermedades pues se introduce dentro de la boca del paciente.
- Con forma ergonómica para comodidad del paciente.
- Tener un grosor menor a 2mm. De esta forma aseguramos un ángulo pequeño de oclusión y una mayor aproximación en la detección de los puntos prematuros de contacto.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

- Tener buenas propiedades mecánicas ya que se le aplican cargas por mordida próximas a los 400 kg.
- Contener un mínimo de 30 celdas por cm^2 , para poder localizar los puntos de contacto con buena precisión.
- Ser lo suficientemente flexible para asegurar la independencia entre celdas.

Con estos requerimientos, el primer problema fue el diseño de las celdas. Cada celda debía tener un compuesto semiconductor conectado a un potencial fijo y a una resistencia en serie con el fin de formar un divisor de voltaje (Fig. 4). Así cuando se le aplicara una presión a el compuesto semiconductor este disminuiría su resistencia eléctrica y la caída de voltaje en la resistencia conectada en serie cambiaría de manera proporcional a la fuerza aplicada.

Inicialmente se pensó en hacer el sistema sensible a la presión (Transductor) con una placa de potencial fijo y con un circuito impreso de forma matricial en donde cada elemento de la matriz sería una celda con su respectivo compuesto y con su propia línea hacia la resistencia (Fig. 5).

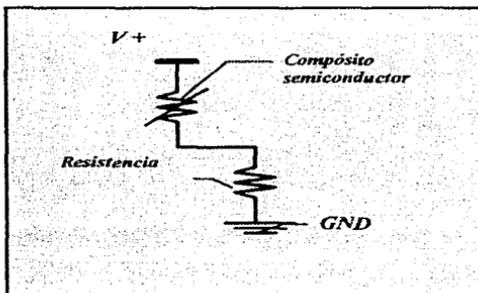
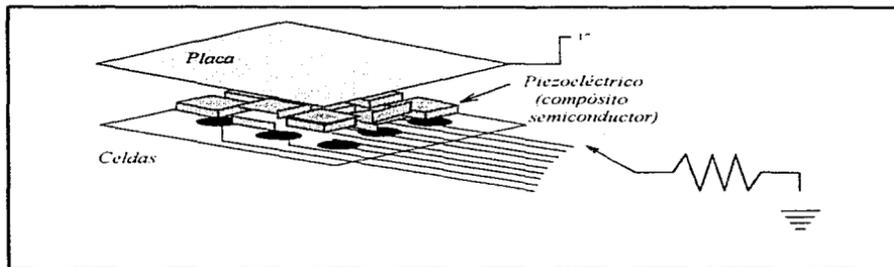


Fig . 4 Divisor de voltaje.

Fig. 5
Sistema Sensible a la Presion (Primer Diseño)



Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Pero se desechó esta opción, por que al necesitarse 30 celdas/ cm^2 , cada celda mediría 1.8 mm por lado y la densidad de las líneas en el circuito impreso de la matriz sería muy alta. Además se tendrían demasiadas líneas hacia la resistencia y la selección de la celda requeriría de muchos dispositivos.

Por está razón se decidió diseñar las celdas pensando en la manera de disminuir el número de líneas para seleccionartas. De esta modo, se diseñaron las celdas usando una malla vertical, una malla horizontal y el compuesto semiconductor (Fig. 6), colocando el compuesto semiconductor entre las dos mallas, resultando en un arreglo de aproximadamente 3000 celdas sensoras de presión como se muestra en la Fig. 7.

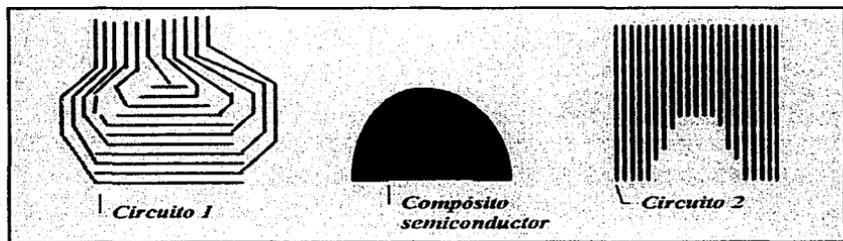


Fig.6
Sistema Sensible a la Presión (Diseño final)

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

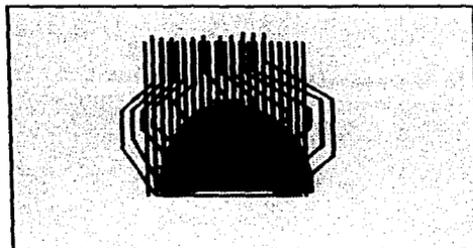


Fig. 7
Arreglo de las 3000 celdas sensoras.

Al aplicar una presión a el compuesto semiconductor, cambia la conductividad eléctrica de éste. Así, formando un divisor de voltaje con el compuesto semiconductor y una resistencia en serie, se puede medir la presión mediante la diferencia de potencial en la resistencia del divisor de voltaje.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

TABLA 3 . PROPIEDADES FISICAS DE LOS ACRILATOS DE METILO Y ETILO ⁽¹⁹⁾.

PROPIEDADES FISICAS:	ACRILATO DE METILO	ACRILATO DE ETILO
Punto de ebullición (760 mmHg abs., °C)	79.9 °C	99.3°C
Coefficiente de expansión por °C (15 - 60°C)	0.00136	0.00133
Punto de inflamación Tag copa abierta (°F)	44 °F	55°F
Punto de congelación (°C)	< -76 °C	< -76 °C
Peso molecular (Calculado)	86.09 g/mol	100.11 g/mol
Densidad (a 20° C)	0.9561 g/ml	0.9225 g/ml
Solubilidad en agua (a 20°C, % peso)	5.48%	1.50%
Solubilidad del agua (a 20°C, % en peso)	2.29%	1.24%
Viscosidad (a 25 °C, Cps)	0.49 Cps	0.56 Cps
Presión de vapor (a 20°C, mmHg)	72 mmHg	29.3 mmHg
Punto de ignición (°C)	-3°C	9°C
Calor específico (caloría/gramo °C)	0.48 caloría/gramo °C	0.47 caloría/gramo °C
Calor de polimerización (kcal/kg)	226.0 kcal/kg	156.0 kcal/kg
Calor de vaporización (kcal/kg)	91.9 kcal/kg	82.9 kcal/kg
Temp. ebullición azeótropo con agua (°C)	71.0 °C	82.1 °C
% Monómero en el azeótropo con agua	92.8 %	89.0 %
Concentración máxima permisible en el lugar de trabajo (ppm)	10 ppm	25 ppm

TABLA 4 . ESPECIFICACIONES DE LOS ACRILATOS DE METILO Y ETILO ⁽²⁰⁾.

ESPECIFICACIONES:	ACRILATO DE METILO	ACRILATO DE ETILO
Ester acrílico (% peso)	Min. 99.5 %	Min. 99.5 %
Acidez como ácido acrílico (% en peso)	Máx. 0.009 %	Máx. 0.009 %
Humedad (% peso)	Máx. 0.1 %	Máx. 0.1 %
Color natural APHA	Máx. 10	Máx. 10
Inhibidor como MEHQ (ppm)	15 - 20 ppm	15 - 20 ppm

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

TABLA 5 . ESPECIFICACIONES DEL ALQUIL ARIL POLIGLICOL ETER. DISPONIL® AES 21 IS ⁽²¹⁾.

FORMULA QUIMICA: $C_8H_{17}-C_6H_4-O-(CH_2-CH_2-O)_{25}-OSO_2Na$	Sal sódica del octil fenol sulfatado y etoxilado con 25 moles de óxido de etileno.
ANALISIS:	ESPECIFICACIONES:
Apariencia	Líquido transparente amarillo
Material activo	30.0 - 32.0 %
pH (1% en agua)	6.5 - 7.5
Contenido NaCl	Máx. 0.8 %
Contenido material no sulfatado	Máx. 1.5 %
Color Gardner	Máx. 3.0
Caracter iónico	Aniónico
Propiedades:	El producto presenta excelentes características de polimerización por que combina las propiedades de un emulsificante aniónico y las de un no iónico, otorgando un doble efecto estabilizador. Es especialmente adecuado para acetato de vinilo, homopolímeros y copolímeros acrílicos.
Nivel de uso:	En general, del 1 al 5% de material activa calculado sobre el contenido de monómero usado.

TABLA 6. ESPECIFICACIONES DEL PERSULFATO DE AMONIO ⁽²²⁾.

FORMULA QUIMICA:	$(NH_4)_2S_2O_8$
ANALISIS:	ESPECIFICACIONES:
Aspecto.	Cristales blancos
Concentración	Mín. 99.0 %
Acidez (como ácido sulfúrico)	Máx. 0.15 %
Contenido de oxígeno activo	6.5 - 6.9 %
Solubilidad en agua (a 25 °C)	80 g/ 100 ml

TABLA 7 . PROPIEDADES DE EL SURFACTANTE PLURONIC[®] ⁽²³⁾.

Peso molecular promedio	Punto de fusión °C	Forma física a 20°C	Viscosidad (Brookfield) Cps	Tensión superficial dinas/cm 25°C, 0.1%	Humectación 25°C, 1.0%, 0.1 %	Espuma (0.1% acuoso a 50°C)m m	Punto de acinamiento en solución acuosa, °C, 1%, 10%	HLB
2000	-29	Líquido	325	ins	ins ins	0	24 17	1-7

3.7 TENSOACTIVO.

El primer paso en la síntesis del surfactante PLURONIC es la creación de un hidrófobo del peso molecular deseado por la adición controlada de óxido de propileno a los dos grupos de propilenglicol. El óxido de etileno es entonces adicionada a el sandwich del hidrófobo entre los grupos hidrofílicos, controlados por la longitud del 10% al 80% (en peso) de la molécula final. La estructura del surfactante PLURONIC es presentado en la siguiente figura:



DISPERSION. Una dispersión es un sistema que contiene partículas sólidas en una fase continua líquida. Una dispersión es estable en la medida en que los sólidos suspendidos resisten la recombinación.

La floculación es el crecimiento de una red de partículas debilmente asociadas, que ofrece una ligera o blanda apariencia, estas partículas pueden ser rapidamente redispersadas por adición de baja energía, como es el agitar el contenedor manualmente.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

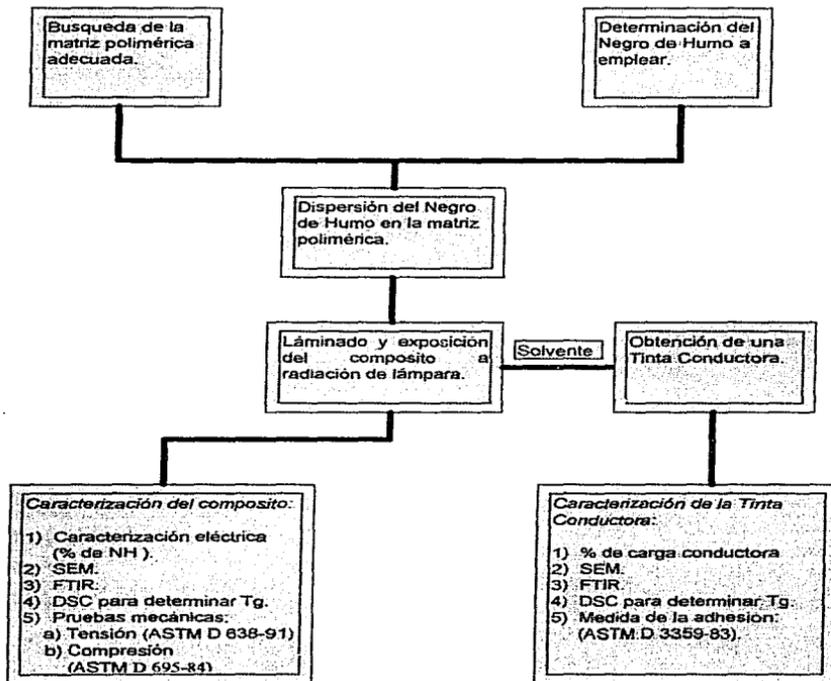
TABLA 8. NEGRO DE HUMO NEGROMEX N - 326 ⁽¹⁴⁾.

ASTM	PRUEBA	UNIDADES	N-326
D3265-88	Tinte (IRB No. 3)	%	PROM: 111
D1513 - 86	Densidad	kg/m ³	455.8
D1509 - 88	Humedad (Sacos)	%	PROM: 2.6
D1509 - 88	Humedad (Granel)	%	PROM: 1.2
D1506 - 85	Cenizas	% Max.	PROM: 0.99
D1508	Finos (Granel)	% Max.	8.0
D1508	Finos (Sacos)	% Max.	12.0
D1514 - 88a	Malla No. 35	% Max.	0.0011
D1514 - 88a	Malla No. 350	% Max.	0.1000
D3192 - 85	Modulo 300% V.S. IRB No. 6 30 PSI		-247
D3192 - 85	Tensión V.S. IRB No. 6 30 PSI(Min.)		+ 43.5
D3765 - 89	CTAB	m ³ / g	85.1

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

4. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

Para la obtención del composito semiconductor y la tinta conductora se siguió el siguiente procedimiento que muestra el diagrama de bloques.



4.1 BUSQUEDA DE LA MATRIZ POLIMÉRICA Y DETERMINACIÓN DEL NEGRO DE HUMO A EMPLEAR.

El desarrollo experimental se retomo de la referencia ⁽¹⁾, que presentaba el siguiente método experimental:

- 1) Determinación del porciento de sólidos del copolimero en emulsión usado (MMA-ABu).
- 2) A el negro de humo utilizado (Negromex, N-326) se le daba un tratamiento térmico con el fin de eliminarle la humedad a una temperatura de 200 ° C durante 24 hrs.
- 3) En base a ese % de sólidos de la muestra se determinaba el porcentaje de negro de humo a dispersarse en la matriz polimérica, durante 24 hrs a 100 RPM, adicionandole un tensoactivo para su facil dispersión.
- 4) La muestra se ponía a secar durante 24 hrs a una temperatura constante de 60 ° C.
- 5) Esta muestra ya seca se disolvía en CCl₄, con el fin de poder laminar el compósito obtenido.

Retome este trabajo, pero ahora usando un negro de humo obtenido como residuo de chimenea, usando el mismo procedimiento expermental arriba mencionado. Se uso el mismo copolimero de MMA-ABu en diferentes proporciones de los monómeros.

Cabe hacer notar, que el laminado obtenido mostraba cierto grado de conductividad de un solo lado y que a concentraciones de 30% a 40% en peso de NH (NH:Negro de Humo) este compósito perdía las propiedades mecánicas deseadas, obteniéndose material amorfo y rígido, por lo que era necesano agregar CCl₄ para poder laminarlo, provocando la sedimentación del negro de humo, por lo que sólo mostraba conductividad eléctrica de un lado, siendo además poco flexible.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

4.2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

Debido a las características mostradas por este compósito se optó por hacer más pruebas con otros polímeros y otro tipo de negro de humo, el método experimental se presenta a continuación:

- I. Determinación del % de sólidos de la muestra a tratar para determinar el % en peso de negro de humo a utilizar.
- II. Dispersión del negro de humo en la matriz polimérica durante un tiempo de 4 hrs.
- III. Secar durante 24 hrs. la muestra a una temperatura de 60° C.
- IV. Formado de la masa o película del compósito obtenido con el espesor deseado.
- V. Medir la resistencia eléctrica o conductividad.
- VI. Disolver la muestra en un solvente, el cual será considerado en función del copolímero a utilizar, para la obtención de la tinta conductora.

VARIABLES A CONTROLAR:

- I. % de negro de humo.
- II. Tiempo de dispersión.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Material:

Agitador mecánico.
Vasos de precipitados.
Horno.
Espátula.
Charolas de aluminio para muestras.
Portaobjetos.

Reactivos:

Negro de Humo NEGROMEX N-326.
Negro de humo CABOT.
Negro de humo PEARL BLACK.
Negro de humo de Chimenea.
Copolimero ABU/MMA : C-4, C-6, C-19, C-23.
Latex S/ABU/AMA corrida 7.
Poliestireno en emulsión, muestra 2 BASF.
Copolimero en emulsión de Acrilato de Metilo - Acrilato de Etilo (AM-AE): M1,
M2, M3, M 4, M5, M6.
Tensoactivo PLURONIC.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

4.3 FORMULACIÓN DEL COPOLIMERO EN EMULSIÓN (M3) ⁽¹¹⁾.

La síntesis del copolímero en emulsión fue realizada con las siguientes materias primas:

- Monómeros: Se utilizaron acrilato de metilo y acrilato de etilo de Celanese Mexicana, S.A. de C.V.
- Fase continua: Agua destilada.
- Tensoactivo: Se utilizó Sal sódica del Octilfenol sulfatado y etoxilado con 25 moles de óxido de etileno de Henkel Mexicana, S.A. de C.V.
- Iniciador: Se utilizó Persulfato de amonio de Quimicos Argostal, S.A. de C.V.

Tabla 9. COMPOSICION DEL COPOLIMERO EN EMULSION: M3.

Componentes:	Muestra 3 (M3)
Agua destilada (% en peso)	50.00
Acrilato de metilo (% en peso)	29.25
Acrilato de etilo (% en peso)	19.50
Tensoactivo (% en peso)	0.99
Iniciador (% en peso)	0.26
Total (% en peso)	100.00
Sólidos (% en peso)	50.00
Relación (AM-AE) (% en peso)	60 - 40
Relación (AM-AE) (% en mol)	63.6 -36.4

4.4 PROCESO DE POLIMERIZACIÓN.

El proceso de polimerización empleado es el que comúnmente se utiliza a nivel industrial para obtener latex con una concentración alta, y consiste básicamente de dos etapas:

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

a) Proceso Batch. En la cual se adiciona a el reactor una parte de el total de los monómeros y catalizador (aprox. el 4%) formando el látex semilla sobre el cual procederá la segunda etapa.

b) Proceso Semicontinuo. El resto de la mezcla de monómeros se adiciona a lo largo de esta etapa en forma dosificada.

La síntesis de los copolímeros fue realizada en un reactor isotérmico de vidrio de 2.0 litros enchaquetado con agitador mecánico a 60 rpm, condensador de reflujo, entrada de nitrógeno, reactor para mezclado con agitador mecánico a 60 rpm y llave de dosificación, embudo de dosificación y termómetro Fig. 8.

La carga de materiales se distribuye en los tanques de la siguiente forma:

1) Reactor. Se adiciona el 35% del agua destilada y el 10% del tensoactivo.

2) Tanque de adición con agitación. Se adiciona el resto de agua destilada, tensoactivo y los monómeros agitando esta mezcla hasta lograr una emulsión. Cuando ya han sido incorporados los monómeros, se transfiere una parte al reactor (4.0 %).

3) Tanque de adición. Se adiciona el 15% del agua destilada y el iniciador previamente disuelto. Se adiciona una parte al reactor (4.0 %)

Se ventea el reactor con nitrógeno 3 veces. La reacción se inicia elevando la temperatura en el reactor a 85 ° C.

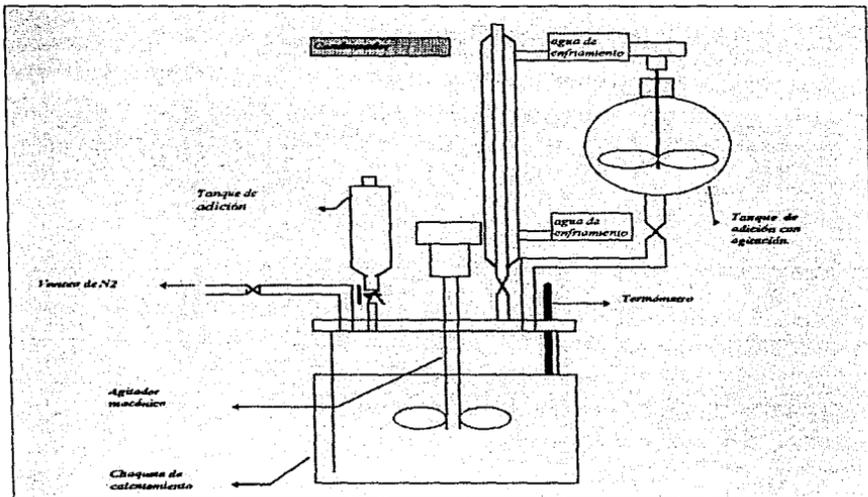
Cuando ya se ha polimerizado la parte de la emulsión adicionada al reactor, se continua con la dosificación de la parte restante de la emulsión, al igual que el catalizador, en

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

un tiempo de 3.5 horas cuidando que la temperatura no suba de 85 ° C debido a que la reacción es exotérmica.

Al terminar las dosificaciones, elevar la temperatura de reacción a 90 ° C y controlar así 4 horas más.

Fig. 8 . EQUIPO DE SINTESIS DEL COPOLIMERO AM-AE (M3).



Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

4.5 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE SÓLIDOS ⁽²⁴⁾.

La determinación del contenido de sólidos se basa en la determinación de componentes no volátiles en peso del producto a investigar que queda como residuo, tras el secado del mismo a temperatura elevada bajo condiciones establecidas.

REACTIVOS Y MATERIALES:

- Charolas de aluminio 5 cm de diámetro.
- Desecador conteniendo Sílica Gel con indicador.
- Espátula de cromo-níquel.
- Termómetro de mercurio.

INSTRUMENTOS Y EQUIPO:

- Balanza analítica.
- Estufa de secado.

PROCEDIMIENTO:

- 1.- Pesar en una charola de aluminio tarada la cantidad suficiente (aproximadamente 1.0 g) de muestra en la balanza analítica previamente calibrada a cero.
- 2.- Introducir las muestras en la estufa de secado (previamente temperada a 140° C), por triplicado.
- 3.- Transcurrido el tiempo (30 minutos), dejar temperar las muestras en el desecador a temperatura ambiente.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

4.- Pesar finalmente en la balanza analítica y efectuar los cálculos correspondientes, promediando los tres valores obtenidos.

CALCULOS:

$$\% \text{Sólidos} = \frac{\text{Pf} - \text{C}}{\text{Pi} - \text{C}}$$

donde: Pf = Peso final charola más muestra seca.

Pi = Peso inicial más muestra húmeda.

C = Peso charola vacía (tarada).

4.6 ELABORACION DEL COMPOSITO SEMICONDUCTOR.

Una vez realizada la síntesis de la M3 de AM-AE en emulsión, se mezcla con el negro de humo en una mezcladora batidora con engranaje planetario. Hasta obtener una pasta moldeable, para una buena dispersión se utiliza tensoactivo en pequeñas cantidades; una vez obtenida la pasta se obtiene un laminado con la ayuda de una prensa, para obtener un espesor de 1.5 mm, posteriormente se le aplica una radiación de 100 watts durante 4 hrs, para obtener las propiedades mecánicas deseadas.

4.7 EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA ELÉCTRICA DEL COMPÓSITO.

Para evaluar la resistencia eléctrica se usó un circuito con una densidad de 20 líneas por cm, diseñado y fabricado ex-profeso. Este circuito se conecta de los extremos de un multímetro y sobre el circuito se coloca a el compuesto semiconductor, para aislarlo se colocó una tableta dieléctrica sobre el compuesto(Fig. 9), ya aislado se colocaron diferentes pesas de 1 kg hasta de 13 kg (Fig. 11 y 12).

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

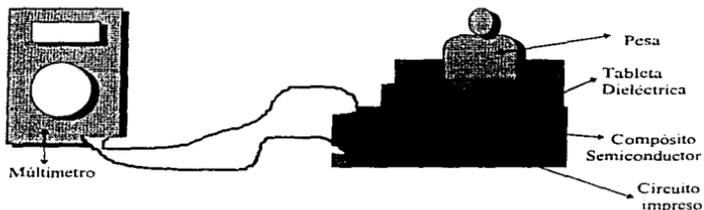


Fig .9 Sistema polimérico sensible a la presión de evaluación eléctrica experimental

4.8 CARACTERIZACIÓN POR MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO ⁽²⁵⁾.

El microscopio electrónico es una herramienta muy útil en la caracterización de los materiales, pues ofrece la oportunidad de observar diversas características de estos, mediante la amplificación de la imagen de los materiales, que con el mejor microscopio óptico no llega a ser mayor que $\times 1000$. En cambio con un microscopio electrónico de alta resolución, podemos tener una amplificación de hasta $\times 1,000,000$.

Se puede considerar a grandes rasgos al SEM como un circuito cerrado de TV donde el objeto a observar es iluminado por una mancha de electrones en constante movimiento, los cuáles son emitidos cuando se calienta un filamento de tungsteno (cátodo) situado dentro del cañon electrónico de la parte superior del microscopio.

El sistema de barrido puede usarse para formar una imagen en distintos modos de operación:

- emisorio

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

- reflectivo
- absorbivo
- transmitido
- rayos X
- catodoluminiscencia
- conductividad inducida por el haz

seleccionado el detector a propósito para cada caso (ver fig. 10). Cuando se usa en modo transitivo el aparato se denomina STEM.

Para describir un SEM nos referiremos a la figura 10; donde se muestran esquemáticamente las partes que se necesitan para la formación de una imagen en un SEM.

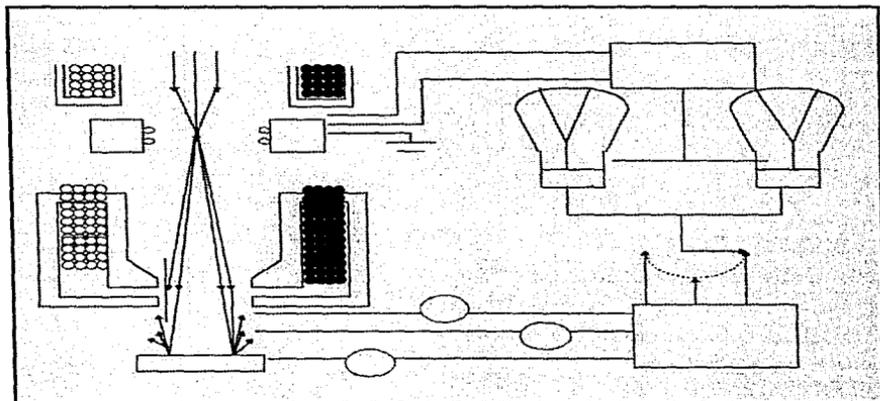


Fig. 10 Esquema del sistema de formación de imágenes en un microscopio electrónico de barrido.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Ante todo, debemos enfocar el haz sobre un área muy reducida de la muestra ($\sim 100 \text{ \AA}$), esto se hace colocando el área de observación en el foco de una lente (llamada objetivo), los electrones emitidos por la muestra son recolectados por los detectores apropiados, en general éstos son cajas de Faraday adaptadas a un fotomultiplicador de centelleo cuya señal se amplifica sucesivamente (ganancia de hasta 10^5) y se utiliza para modular la polarización de rejilla de un tubo de rayos catódicos (TCR), de manera que se establece una correspondencia uno a uno entre la cantidad de electrones detectada y la intensidad del punto correspondiente en la pantalla del tubo. La imagen completa de la muestra se construye finalmente por medio de un generador de barrido que deflecta tanto al haz incidente como al haz del TCR sincrónicamente, de manera que a cada punto de área barrida de la muestra corresponde otro en la pantalla. La amplificación viene dada entonces como la razón entre el área barrida en la pantalla y el área cubierta por el haz incidente en la muestra.

La resolución de este dispositivo se encuentra limitada por varios factores, de los cuales los más importantes son.

- a) Aberraciones de las lentes.
- b) Tamaño del punto incidente sobre la muestra. Es claro que la resolución no puede ser mayor que el diámetro del haz electrónico, ya que la señal detectada es un promedio de las intensidades reflejadas por cada punto matemático en el área finita que cubre el haz.
- c) Razón señal-ruido. Por supuesto, los amplificadores usados introducirán ruido al sistema y éste debe ser muy pequeño en comparación a la señal colectada para que la información recogida sea útil. Esto impone una restricción a la reducción del tamaño de punto, ya que al reducir la corriente del haz para este propósito, disminuye la señal y el ruido no, por lo que existe un tamaño de punto óptimo para lograr la máxima resolución ($\sim 100 \text{ \AA}$).

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

d) Campos extraños y vibraciones mecánicas. Estos pueden distorsionar el perfecto barrido del haz y por lo tanto deteriorar la calidad de imagen.

Tomando en cuenta todos estos factores, se puede calcular el poder óptico del SEM, aunque efectuar esto aquí no sería apropiado. Basta decir que en un SEM moderno la resolución óptima es de 50 Å, lo que permite amplificar hasta $10^5 \times$.

4.9 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO (FTIR).

Este método se basa en la absorción de energía infrarroja ocurrida por movimientos de torsión, flexión, rotación y vibración de los átomos de una molécula, cuando se le hace incidir un haz de luz infrarroja a una muestra a determinadas longitudes de onda, las que son expresadas en micrones o centímetros recíprocos (cm^{-1}) ⁽²⁶⁾.

La multiplicidad de las vibraciones que ocurren en forma simultánea produce un espectro de absorción altamente complejo que depende de las características de los grupos funcionales constitutivos de la molécula, así como la configuración de los átomos ⁽²⁷⁾.

Un espectro de infrarrojo es ordinariamente registrado en número de ondas, ν , que es el número de ondas por centímetro. La relación entre ν y la longitud de onda es:

$$\nu (\text{cm}^{-1}) = \frac{10^4}{\lambda} (\mu\text{m})$$

Donde: ν = Número de ondas por centímetro (cm^{-1}) (3×10^{10} Hz)
 λ = Longitud de onda

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

La escala de número de ondas es directamente proporcional a la energía y a la frecuencia vibracional de la unidad absorbida:

$$\Delta E_{vib} = h c_v \nu \text{ (cm}^{-1}\text{)}$$

Donde: ΔE_{vib} = Nivel de energía vibracional de separación
 h = Constante de Planck (6.62 x 10⁻²⁷ erg's)
 c_v = Velocidad de la luz (3 x 10¹⁰ cm/s)

Originalmente, los espectros de infrarrojo (IR) fueron obtenidos con un equipo dispersivo con un elemento óptico de prisma o enrejado para dispersar geoméricamente la radiación de IR. Un mecanismo de barrido pasa la radiación dispersada sobre un sistema de ranuras que aísla los rangos de frecuencia que caen sobre el detector. De esta forma el espectro, que es la energía transmitida a través de una muestra como función de la frecuencia, puede obtenerse. Este método de IR dispersivo tiene muy baja sensibilidad. La sensibilidad de la espectroscopia de IR puede ser aumentada con un dispositivo óptico múltiple que permite la detección de toda la energía transmitida simultáneamente. El dispositivo óptico utilizado es el interferómetro de Michelson y el equipo de IR que resulta es el espectrofotómetro de infrarrojo por transformadas de Fourier (FTIR). En el desarrollo de la espectroscopia de infrarrojo por transformadas de Fourier (FTIR) se han extendido las aplicaciones del interferómetro de Michelson a toda región del IR y no sólo para la región del IR lejano como se usó al comienzo de su estudio ^(26, 27, 28).

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

La espectroscopía de IR es usada frecuentemente para estimar la identidad y concentración de las especies absorbidas en sistemas multicomponentes. El estándar de calibración es medir el espectro de una serie de mezclas y usar ecuaciones simultáneas para extraer los datos de concentración deseados.

En el análisis de sistemas multicomponentes, hay cuatro clases de problemas diferentes. En primer lugar, todos los componentes y sus espectros son conocidos, por lo que se dispone de los datos de calibración; en este caso, el método de mínimos cuadrados es apropiado para encontrar la cantidad de cada componente; cuando se realiza la calibración precisa, esta calibración produce datos cuantitativos para mezclas. En el segundo caso, los espectros de los componentes no son conocidos, pero las concentraciones de los componentes de interés son conocidos, este caso requiere de un proceso de correlación cruzada. En el tercer caso, ninguno de los componentes es conocido, y se aplica un análisis de factor. El método de análisis de factor provee un límite inferior a el número de componentes linealmente independientes presentes en la mezcla y estima los espectros cuando están presentes pocos (menos de tres) componentes. En el último caso, se intenta cuantificar un número de componentes desconocidos, se desarrolla el método de alineación por aniquilación. Cuando se conoce sólo un componente, la cantidad de ese componente puede ser hallado por sustracciones sucesivas de los datos observados hasta que la alineación de la matriz remanente sea reducida a una.

La relación cuantitativa entre la concentración c para un componente en una muestra y su absorbancia A , está dada por la Ley de Lambert y Beer: ⁽²⁵⁾

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

$$A = abc = \log I_0 / I$$

Donde I_0 / I es el término de transmitancia, y el porcentaje de transmitancia es $100 \log I_0 / I$. La constante a es la absortividad y b es la unidad de espesor. Esta ley asume linealidad fotométrica y la precisión del espectrofotómetro. Tradicionalmente, un análisis cuantitativo se realiza construyendo una curva de calibración de absorbancia de la frecuencia analizada, contra la concentración, y entonces medir la concentración de una muestra desconocida usando el pico de la absorbancia o el área de la absorbancia. Cuando se relacionan dos componentes, es necesaria la medición de la absorbancia a dos frecuencias para estimar las concentraciones individuales. Si se requiere, este método se puede extender a más componentes.

La espectroscopía de IR cuantitativa requiere la determinación de la absortividad por calibración a algún otro método.

4.10 PRUEBAS MECÁNICAS :

PROPIEDADES COMPRESIVAS DE PLASTICOS RIGIDOS. (ASTM: D 695 - 84)

Campo de aplicación.

Este método cubre la determinación de las propiedades mecánicas de plásticos rígidos cuando son cargados en compresión a relativamente baja velocidad de carga.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

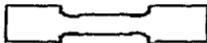
Significado y uso.

Las pruebas de compresión proveen información acerca de las propiedades compresivas de el plástico cuando es empleado bajo condiciones en las condiciones en la que son hechas las pruebas.

Las propiedades de compresión incluyen módulo de elasticidad, carga de deformación remanente, deformación en el límite de elasticidad y la resistencia a la compresión.

Especímenes de prueba.

Para materiales bajo 3.2 mm (1/8 in) de espesor, el módulo elástico es requerido y la proporción de esbeltez no provee información a lo largo de el compresometro, por lo que se requiere una forma :



Número de muestras de prueba.

5 muestras: En caso de ser materiales isotropicos.

10 muestras: En caso de ser materiales anisotropicos.

Rapidez de prueba.

La rapidez estandard de prueba cae en 1.3 ± 0.3 mm (0.050 ± 0.010 in/min)

Procedimiento.

1. Medir el ancho y espesor de la muestra cercano a 0.01 mm (0.001 in) en varios puntos a lo largo de su longitud. Calcule y registre el valor mínimo del area seccional. Mida la longitud de la muestra y registre el valor.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

2. Registrar la máxima carga soportada por el material durante la prueba (usualmente al momento de la ruptura).

Equipo:

Máquina de prueba de tensión y compresión modelo DY.22, Adamel - Lhomargy.

Capacidad: 500 daN sobre el rango completo de velocidades.

Medidas de carga: Pantalla de dígitos numéricos de 3 1/2, precisión de 0,5 % de la medida de 1 dígito.

Elección de la celda de carga: 5, 10, 50 ó 500 daN.

Al realizar estas lecturas se variará la carga usando dos placas de cobre con forma cuadrangular haciéndose un sandwich con el compuesto, cada placa irá conectada a un polo de un multímetro para registrar la variación de la resistencia eléctrica conforme varíe la carga.

4.11 PRUEBAS MECANICAS: METODO DE PRUEBAS ESTANDARD PARA PROPIEDADES DE TENSION DE PLASTICOS ASTM D 638 - 91

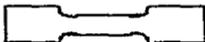
Significado y uso.

Este método de prueba es diseñado para el control y especificación de materiales plásticos. Estos datos son usados para caracterización cualitativa y para investigación. Las propiedades de varían con la preparación del espécimen y con la rapidez y ambiente de prueba. Las propiedades pueden proveer datos para diseños de plásticos de ingeniería.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Especímenes de Prueba.

Plásticos no rígidos. El espécimen de prueba tiene la forma siguiente y las dimensiones que se dan en el tipo IV del ASTM D 638 - 91, con un espesor de 0.16 in (4 mm) o menos.



Condiciones.

Las condiciones que deben prevalecer para los especímenes de prueba a 73.4+/- 3.6°F (23+/- 2°C) y 50 +/- 5% de humedad relativa por no más de 40 horas.

Número de especímenes de prueba.

El número de especímenes de prueba son cinco para cada muestra en caso de materiales isotrópicos.

El número de especímenes de prueba son de diez para cada muestra en el caso de ser materiales anisotrópicos.

Rapidez de prueba.

La rapidez de prueba es de 0.2 +/- 25 % in/min.

Procedimiento.

Medir el espesor de las muestras no rígidas.

Llevar los especímenes a las agarraderas de la máquina de prueba, alineando a lo largo del eje del espécimen.

4.12 DETERMINACION DE LA TEMPERATURA DE TRANSICION VITREA POR CALORIMETRIA DEFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

PRINCIPIO:

El análisis térmico lo define ICTA (Confederación Internacional para el Análisis Térmico) como "Término que cubre un grupo de técnicas en las cuales una propiedad física de una sustancia y/o sus productos de reacción son medidos como función de la temperatura". La calorimetría diferencial de barrido (DSC), junto con la termogravimetría, son los métodos más usados de análisis térmico en la ciencia de los polímeros ⁽²⁹⁾.

Las curvas de DSC reflejan cambios en la energía del sistema, cambios que pueden ser de origen químico o físico. La técnica es particularmente usada para polímeros por que la polimerización o los cambios de estructura son acompañados casi invariablemente por efectos energéticos tales como cristalización y puntos de fusión, curado y otras reacciones, y la temperatura de transición vítrea (Tg).

El estudio de la transición vítrea Tg por DSC se realiza en equipos especializados de Perkin Elmer, Dupont, etc., los cuales constan de un circuito de temperaturas medias que mide y controla la temperatura en dos recipientes, uno de referencia y el de muestra; los que se ajustan a un programa predeterminado de tiempo y temperatura. Esta temperatura se representa sobre uno de los ejes de un registrador x - y, y el de referencia, suministrando energía para calentar la resistencia situada en cada recipiente hasta que las temperaturas se mantengan iguales. Cuando la muestra experimente una transición térmica, la potencia de las dos resistencias se ajusta para mantener sus temperaturas, y entonces se registra sobre el

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

segundo eje del registrador una señal proporcional a la diferencia de potencia. El área situada bajo la curva resultante es una medida directa del calor de transición.

Cuando se llega a la región de transición vítrea, tiene lugar la cristalización donde hay un descenso considerable en la capacidad calorífica (ΔC_p), registrándose un descenso en la curva y después vuelve a estabilizarse.

El incremento en la capacidad calorífica a la T_g representa una suma compleja de efectos conformacionales y vibracionales. Hay varios puntos sobre la curva que pueden tomarse arbitrariamente como T_g , el método más generalizado de obtener un valor de T_g es el siguiente: Trazar tangentes en los cambios de pendientes pronunciadas (antes y después del descenso), se traza una recta entre los puntos de las tangentes, y el punto intermedio se toma como referencia y se lee en el eje x el valor correspondiente de temperatura T_g .

La T_g de un copolímero al azar es generalmente una función monótonica de su composición, y da una T_g simple; pero la situación es mucho más compleja para copolímeros en bloque (AB) con bloques incompatibles; dos regiones de transición corresponden aproximadamente a sus homopolímeros A y B.

El incremento en la T_g sobre los polímeros con cadenas entrecruzadas es la base de un procedimiento que es ampliamente utilizado para la caracterización de el grado de curado de una resina, que corresponde al aumento de T_g que sufre el material después de un tiempo de calentamiento a una temperatura alta.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Las muestras se deben correr entre 50 a 60 ° C antes de la Tg esperada y la velocidad de calentamiento dependerá de la naturaleza de la muestra y el valor de Tg esperado. Esto con el fin de que se establezca la línea base del equipo que debe ser horizontal.

REACTIVOS Y MATERIALES.

- Nitrógeno líquido.
- Charolas de aluminio portamuestras.

INSTRUMENTOS Y EQUIPO.

- Balanza analítica.
- Differential Scanning Calorimeter 2100 DSC Dupont Instruments.

PROCEDIMIENTO.

- 1.- Se pesan aproximadamente 25 mg de muestra previamente seca según el procedimiento para formación de películas sobre la charola de aluminio, en la balanza analítica.
- 2.- Colocar la charola sobre el portamuestra del instrumento, enfriar el portamuestra con nitrógeno líquido.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

3.- Establecer en el equipo las siguientes condiciones:

Atmósfera interior:	Nitrógeno.
Intervalo de Temperaturas:	- 60°C a 80°C
Velocidad de calentamiento:	10°C/ min
Peso de la muestra	

4.- Comenzar el barrido cuando el portamuestras tenga la temperatura inicial de lectura.

5.- Localizar la Tg sobre la gráfica mediante el software del equipo e imprimir la gráfica.

4.13 MEDIDA DE ADHESION PARA PRUEBA DE CINTA (ASTM: Vol. 06. 01.)

Estos métodos cubren procedimientos para asegurar la adhesión de las películas a sustratos metálicos por la aplicación y remoción de una cinta sensible a la presión sobre los cortes hechos en la película.

Método A - X-corte de la cinta de prueba.

Herramienta de corte. Cutter para cortes rápidos y precisos.

Guía de corte. Una regla metálica.

Cinta. Una pulgada (25 mm) donde una cinta semitransparente con una resistencia adhesión de 40 +/- 2.5 oz/in. (44.6 +/- 2.8 g/ mm). La adhesión no cambia por más que +/- 6.5% de sus valores medidos.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Especímenes de prueba.

Cuando este método es usado a campo abierto , la estructura del artículo sobre el cual se va a realizar la prueba de adhesión se cubre con el espécimen de prueba.

Para aplicar en materiales de laboratorio, uno determina las condiciones de composición y superficie en las que uno desearía determinar la adhesión.

Procedimiento.

Seleccionar una superficie libre de impurezas e imperfecciones y aplicar la muestra a probarle su adhesividad. Posteriormente se hace un corte de 40 mm de largo, adherirle una cinta adhesiva sensible a la presión y una vez adherida, jalar y ver que tan adhesiva es la muestra.

5. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Los resultados experimentales se divide en dos partes:

parte a) La cual muestra los resultados de la caracterización y obtención del composito semiconductor.

parte b) Se refiere a la caracterización y obtención de una tinta conductora.

Para la búsqueda del polímero que se requería para elaborar el compósito semiconductor se comenzó obteniendo primero el porcentaje de sólidos de cada muestra y de esta manera poder determinar el porcentaje de negro de humo a emplear en la matriz polimérica. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos de el contenido (%) de sólidos que tenían los polímeros en emulsión utilizados.

Tabla 9. Contenido (%) de Sólidos de los Polímeros en Emulsión Utilizados.

POLÍMERO EN EMULSIÓN UTILIZADO.	% DE SÓLIDOS.
Poliestireno	46.44
S/ ABU / AMA , Corrida 7	4.16
ABU / MMA C - 4	20.55
ABU / MMA C - 6	20.2
ABU / MMA C -19	22.85
ABU / MMA C - 23	17.52
AM - AE M -1	49.99
AM - AE M -2	49.99
AM - AE M -3	49.99
AM - AE M -4	49.99
AM - AE M -5	49.99
AM - AE M -6	49.99

Una vez obtenido este dato se procedió a realizar pruebas de dispersión de el negro de humo dentro de los diferentes polímeros en emulsión a usar.

5.1 PARTE a)

**"OBTENCIÓN Y
CARACTERIZACIÓN DEL
COMPOSITO
SEMICONDUCTOR SENSIBLE
A
LA PRESIÓN."**

5.1.1 DISPERSIÓN DE EL NEGRO DE HUMO (NH)

POLIESTIRENO EN EMULSIÓN.

La primera muestra a utilizar fue el poliestireno en emulsión proporcionado por BASF, se uso la cantidad de 10 % en peso de negro de humo y se procedio a realizar la dispersión durante 24 horas a 25 RPM, tiempo en el cual se realizo una buena dispersión, posteriormente se trato de obtener una pelicula sin exito, ya que al secarse la muestra está se fragmentaba de tal manera que se obtenia como polvo. Debido a esto se busco otro polimero.

COPOLIMERO EN EMULSIÓN S / ABU / AMA (Corrida 7).

Se hicieron muestras hasta el 30 % en peso de negro de humo, debido a que a una concentración mayor, la muestra se fragmentaba al estar ya seca. La muestra era secada a una T= 60° C. Se obtenia una pelicula flexible por abajo del 30% en peso de negro de humo. El tiempo de dispersión fue de 24 horas con 35 RPM. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos de dispersión.

Tabla 11. % EN PESO DE NEGRO DE HUMO EN S / ABU / AMA .

% de negro de humo.	g/ml negro de humo	Volumen (ml) de la emulsión.	Gramos de negro de humo.	Comportamiento eléctrico.
5	0.002	20	0.04	Aislante
10	0.004	20	0.08	Aislante
20	0.008	20	0.16	Si conduce
25	0.01	20	0.2	Si conduce
30	0.012	20	0.24	Se fragmenta

Diseño y Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión mediante Tintas Conductoras

La máxima carga fue de 25 % de NH y mostraba una resistencia eléctrica de 1 M Ω , y la resistencia requerida es de 10 - 100 k Ω , por lo que se utilizó otra matriz polimérica.

COPOLIMERO EN EMULSIÓN DE ABU / MMA.

Se preparó una muestra de C - 4 con 5 % de negro de humo, con un tiempo de dispersión de 24 horas, pero sólo dispersaba parcialmente al emplear el Tensoactivo PLURONIC®, ya que se separaban las fases por la floculación del NH.

Lo mismo ocurrió con la muestra al 10% de negro de humo. No se dispersa el NH con sólo la ayuda del rotor.

Debido a esta dificultad, se hicieron pruebas cualitativas de dispersión del negro de humo en el copolímero, agregandosele aproximadamente el 40% de NH; Los resultados se enlistan en la siguiente tabla.

Tabla 12. Resultados de dispersión de NH en el Copolímero ABU/MMA

Copolimero ABU / MMA	% de negro de humo.	Tiempo de dispersión.	Grado de dispersión	Conductividad
C - 4	40	5 min.	Buena	-
C - 6	40	5 min.	Buena	300 K Ω
C - 19	40	5 min.	Mala	-
C - 23	40	5 min.	Buena	-

Las muestras posteriormente se pusieron a secar a una temperatura de 50 ° C. La muestra C - 6 ya seca forma una película flexible, con buena elasticidad la cual es requerida para hacer un sistema sensible a la presión. Al medirle la resistencia eléctrica muestra una resistencia del orden de 300 K Ω , la cual está en el orden de un material semiconductor, pero está no es homogénea y que sólo se registra de un sólo lado del composito. Este mismo composito, al agregarle CCl₄ forma una tinta, de baja adhesión y se controla la viscosidad en función de la cantidad de solvente.

Diseño y Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión mediante Tintas Conductoras

Debido a que el copolímero ABU / MMA C-6, con 40 % en peso de NH muestra una resistencia eléctrica de 300 K Ω , la cual es muy alta para nuestros propósitos y considerando que a un porcentaje mayor de NH, el composito comienza a perder las propiedades mecánicas deseadas, volviéndose frágil y quebradizo, por lo que se optó por buscar otra matriz polimérica.

COPOLÍMERO EN EMULSIÓN DE AM - AE.

Este copolímero es del tipo de polímeros acrílicos termoplásticos, que son considerados generalmente inertes, poseen buena resistencia a la hidrólisis y a la degradación con luz ultravioleta.

El negro de humo es dispersado con la ayuda de un mortero, debido a que con un rotor con aspas no se podía debido a que se obtiene una pasta, para una mejor dispersión se usó Tensoactivo PLURONIC® en pequeñas cantidades. Se dispersó NH en todas las muestras de AM - AE, donde se varía la relación en peso de los monómeros; la resistencia eléctrica mostrada se lista a continuación:

Tabla 13. Resistencia eléctrica de AM - AE.

Muestra del Copolímero AM-AE	Negro de humo (g)	Resistencia eléctrica (Ω)
M1	1.50	M Ω
M2	1.50	M Ω
M3	1.50	35 k Ω
M4	1.50	M Ω
M5	1.50	M Ω
M6	1.50	3.5 k Ω

Diseño y Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión mediante Tintas Conductoras

Los resultados obtenidos con la prueba de dispersión muestran que los que mejores valores en cuanto a resistencia eléctrica son la M3 y la M6, aunque todas estas muestras tienen una alta polaridad, por lo que los laminados obtenidos son muy pegajosos. La M3 es la que tiene mejores propiedades mecánicas por lo que es la más viable opción para elaborar el composito semiconductor sensible a la presión, así como la tinta conductora.

5.1.2 CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA DEL COMPOSITO

La matriz polimérica seleccionada fue la de AM -AE, siendo sólo las muestras M3 y M6 las que eran menos polares (pegajosas) .

Se disperso en la matriz polimérica 4 tipos de negro de humo, los cuales dieron los siguientes resultados:

- a) Negro de humo de chimenea: No dispersa, debido a que no es hidrófilo lo que provoca que flocule el negro de humo y no muestran conductividad eléctrica los compositos obtenidos.
- b) Negro de humo PEARL BLACK: Al dispersarse en la matriz polimérica se obtiene una pasta, la cual se lamina y muestra valores de conductividad en función de la concentración de NH, con valores muy semejantes al negro de humo CABOT.
- c) Negro de humo CABOT: Tiene las mismas características que el NH PEARL BLACK, aunque las muestras obtenidas no son tan pegajosas.
- d) Negro de humo NEGROMEX N - 326: Se utilizan cantidades menores de NH, por lo que a porcentajes menores presentan la resistencia eléctrica deseada y sin que sea pegajosa la muestra.

Debido a que el negro de humo PEARL BLACK y CABOT tienen el mismo comportamiento eléctrico, se trabajo sólo con el NH CABOT. A los compositos obtenidos se les evalua la resistencia eléctrica con ayuda de un circuito impreso y un multímetro

Diseño y Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión mediante Tintas Conductoras

digital, los resultados obtenidos con la M3 y M6 se muestra a continuación en las siguientes gráficas.

La figura 11 corresponde a la M3, la cual muestra un comportamiento de tipo exponencial entre la relación de negro de humo y la conductividad. Se presenta el comportamiento eléctrico de el composito a 30 y 40 % de NH CABOT, este comportamiento eléctrico es muy semejante, manifiestan la misma rapidez de respuesta en la disminución de la resistencia eléctrica.

La figura 12 muestra el comportamiento de el composito de M6 con una proporción de NH de 30% en peso, la sensibilidad eléctrica mostrada es menor que en el composito con M3; el composito con M6 tiene un valor más alto de resistencia eléctrica.

En base a estos resultados, se decidió trabajar sólo con la M3, ya que requiere una menor carga de NH.

Es sabido que un negro de humo aumenta su conductividad eléctrica cuando aumenta la porosidad en su superficie y mayor tamaño de partícula, por lo que se decidió trabajar con NH NEGROMEX N - 326.

Por lo tanto, los materiales a utilizar para elaborar el composito serán:

- La M3, con una relación 60 - 40 % en peso de AM - AE respectivamente.
- Negro de humo NEGROMEX N - 326.
- Tensoactivo PLURONIC L - 61

Figura 11.
Gráfica de variación de la resistencia eléctrica (Ω) Vs. Carga (g) de la M3 de AM-AE con %'s de NH CABOT.

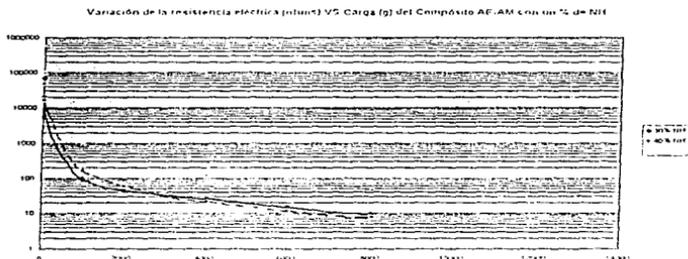


Figura 12.
Gráfica de variación de la resistencia eléctrica (Ω) Vs. Carga (g) de la M6 de AM-AE con 30% de NH CABOT.

GRAFICA VARIACION DE LA RESISTENCIA ELECTRICA (Ω) VS. CARGA (g) DEL COMPUESTO AE-AM M6 CON 30% DE NH

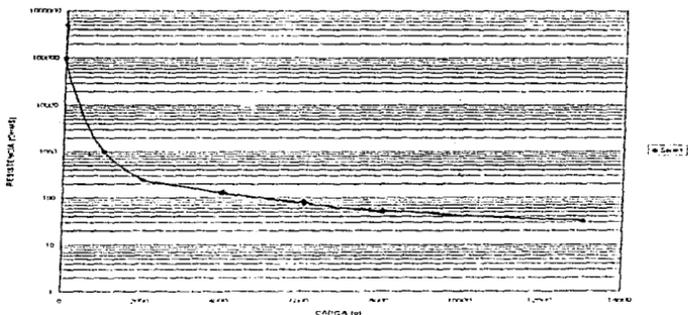


Tabla 14. Valores de resistencia eléctrica del composito en función de % de NH

NEGROMEX N - 326.

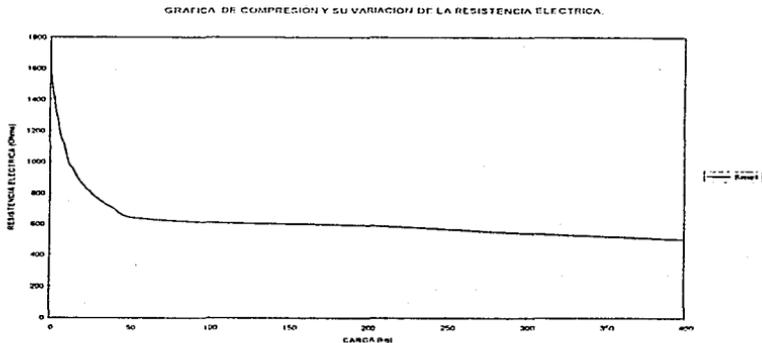
% de NH NEGROMEX N - 326	Resistencia eléctrica Ω
5.00	2.35 M Ω
10.00	1.3 M Ω
15.00	0.8 M Ω
20.00	300 K Ω
25.00	180 K Ω
30.00	25 K Ω
35.00	15 K Ω
40.00	2 K Ω

5.1.3 CARACTERIZACIÓN POR LA PRUEBA DE COMPRESIÓN

(basado en la norma ASTM 695 - 84)

Posteriormente, se selecciono la muestra de 30 % en peso de NH para realizarle la prueba de compresión, debido a que manifiesta un valor de resistencia eléctrica de 25 K Ω , el cual es un valor óptimo para emplearse en un sistema de medición, y en la gráfica 3 se observa la variación de la resistencia eléctrica en función de la carga aplicada. Debido a que esta variación es registrada usando dos tabletas de cobre con un area de 25 cm², en forma de sandwich y los extremos de las tabletas se conectan a el multímetro, registrando una resistencia eléctrica inicial del composito de 2 K Ω en lugar de ser de 25 K Ω , debido a que las tabletas aumentan su conductividad. El material soporta cargas de hasta 400 kg en un area de 25 cm². La resistencia eléctrica tiende a cero en forma exponencial. Está se repitio en 5 pruebas y los valores de la figura 13 son promedio.

Figura 13.
Prueba de compresión del composito al 30% de NH NEGROMEX N - 326 y su variación de la resistencia eléctrica al aplicarle una carga.



Esta prueba - ASTM 695-84 - se modificó según nuestras necesidades, las cuales eran obtener la ecuación característica del composito al aplicarle una carga sobre su superficie y nuestro límite fue la fuerza de 400 kg, la cual es equivalente a la máxima fuerza aplicada por mordida. La ecuación obtenida fue la siguiente:

$$Y = 1110.3 \exp (-0.0026 X)$$

Donde:

X = Fuerza aplicada

Y = la resistencia eléctrica obtenida como consecuencia de la fuerza aplicada.

5.1.4 CARACTERIZACIÓN POR PRUEBA MECÁNICA DE TENSIÓN (ASTM: D 638 - 91)

Debido a que la muestra del composito a 30 % en peso de NH tiene un valor de resistencia eléctrica adecuado para su uso en sensor electrónico de contactos oclusales, se decidió sólo realizarle la prueba de tensión sólo a este composito. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos.

**Tabla 15. Valores de la prueba de Tensión(a la ruptura)
del composito a 30% en peso de NH.**

Carga (daN)	Elongación (mm)
0.9	268
0.8	240
0.8	236.9
0.9	256
0.9	270
0.9	287
0.8	236.8
1.0	293
0.8	233.5
0.9	284.5

- Resistencia a la Tensión (ASTM 638 - 91) = 7.687 lb/in²
- % de Elongación a la ruptura (ASTM 638 - 91) = 1465
- Desviación estándar = 0.125

Su comportamiento en la gráfica obtenida esfuerzo-deformación da un material duro y tenaz.

5.1.5 CARACTERIZACIÓN POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Las muestras se prepararon haciendo pequeños cortes y poniéndolas en nitrógeno líquido, para que pudiera realizarse la fractura de la muestra, la cual es la zona a observar en el microscopio, ya que como es un polímero amorfo no se podría realizar una buena fractura y por consecuencia no se podría observar en el microscopio.

Se reportan sólo las micrografías del composito más representativas, a las concentraciones de polímero puro, 15% de NH, 30% de NH y 40% de NH, (Figuras 14, 15, 16 y 17 respectivamente) siendo la muestra a el 30 % de NH la que muestra una resistencia eléctrica acorde a nuestros propósitos para su aplicación en el sensor electrónico de contactos oclusales (SECO). Las micrografías se presentan a ampliaciones de 150 X, 500 X, 1000 X y 2000X.

Fig. 14 a, b, c, Micrografía del Copolímero en Emulsión AM - AE (Puro: 0 % de NH)



Fig 14 a. Amplificación 500X.

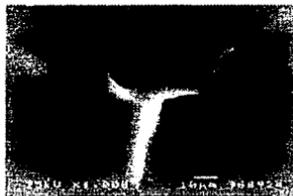


Fig 14 b. Amplificación 1000X.

Fig 14 c. Amplificación 2000X.

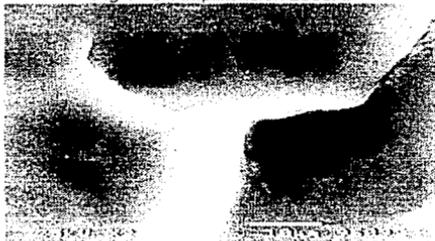


Fig. 15 a, b, c, d. Micrografías del Composito a el 15 % de NH.

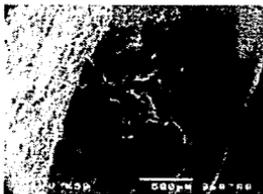


Fig. 15 a Amplificación 50X



Fig. 15 b Amplificación 150X



Fig. 15 c Amplificación 1000X



Fig. 15 d Amplificación 2000X

Fig. 16 a, b, c, d. Micrografías del Composito a el 30 % de NH.



Fig. 16 a Amplificación 50X

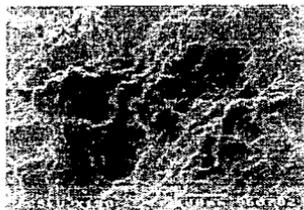


Fig. 16 b Amplificación 150X



Fig. 16 c Amplificación 1000X



Fig. 16 d Amplificación 2000X

Fig. 17 a, b, c, d. Micrografías del Composito a el 40 % de NH.



Fig. 17 a Amplificación 50X



Fig. 17 b Amplificación 150X



Fig. 17 c Amplificación 1000X



Fig. 17 d Amplificación 2000X

5.1.6 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO (FTIR)

Los espectros de infrarrojo son registrados usando una técnica de reflexión difusa. Las muestras laminadas son preparadas diluyendolas en CCl_4 para obtener una película translúcida del composito y así poder obtener sus infrarrojos.

El composito analizado es un sistema múlticomponente, en donde ninguno de los espectros de los componentes son conocidos. A continuación de presentan los infrarrojos de los compositos a el 0 % de NH, 15% de NH, 30% de NH y 40% de NH, siendo estas muestras las más representativas y son las figuras 18, 19, 20 y 21 respectivamente. A el final de las figuras se hace una tabla de los grupos funcionales que se encuentran en las diferentes concentraciones de NH y se hace un análisis de los resultados obtenidos.

Fig. 18 Infrarrojo del Copolimero en Emulsión AM - AE (0 % de NH).

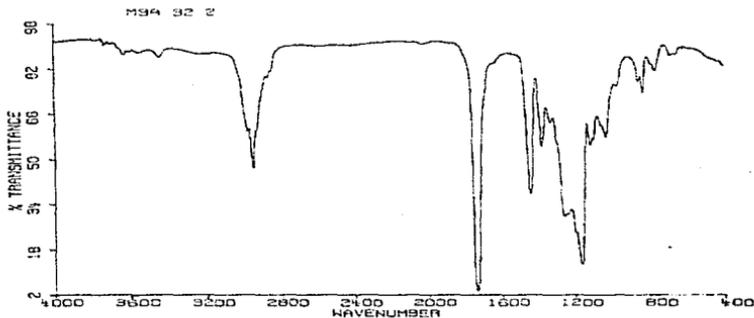


Fig. 19 Infrarrojo del Composito a el 15 % de NH en peso.

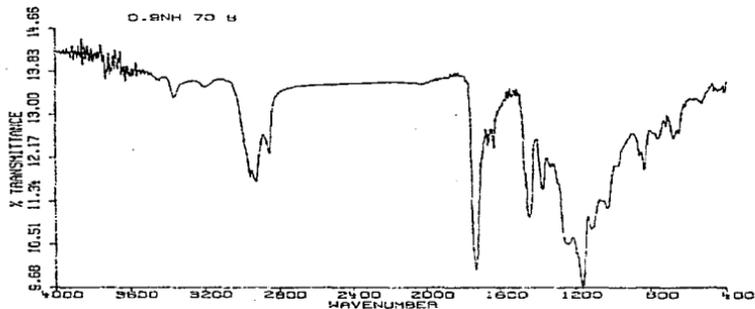


Fig. 20 Infrarrojo del Composito a el 30 % de NH.

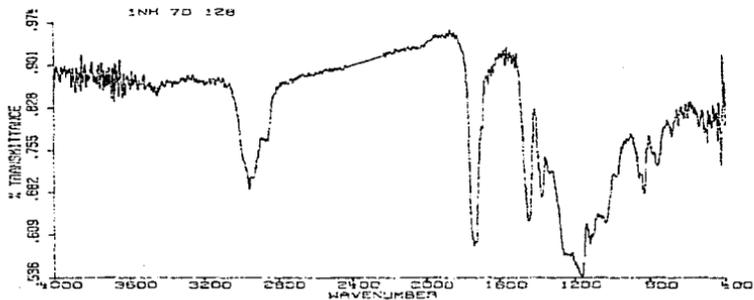
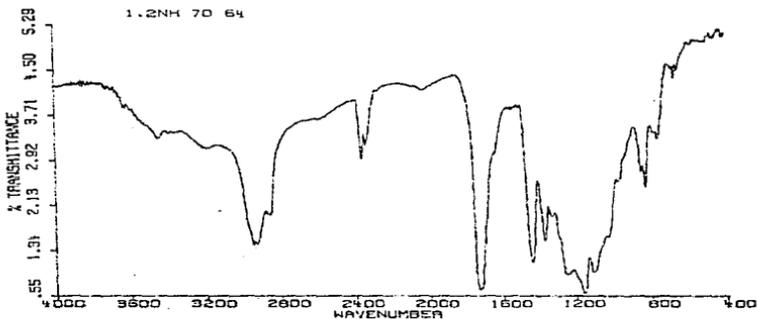


Fig. 21 Infrarrojo del Composito a el 40 % de NH.



ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

5.1.7 GRUPOS FUNCIONALES QUE SE ENCUENTRAN EN LOS ESPECTROS DEL COMPOSITO.

Composito semiconductor (Fig. 19 a 21).

- A. C - OH FENOL
- B. COOH ACIDO CARBOXILICO
- C. -O-O-
- D. hal - C - H_{st}
- E. CHO
- F. C = OOR ESTER
- G. Ar AROMATICO
- H. - C H
- I. - C H
- J. C - O - C ETER
- K. - C H
- L. - CH₃ - OH
- M. - O - O -
- N. - C H

Copolimero AM - AE (60-40) % en peso (M3: Fig 18)

- A. C=O
- B. CH₃-CH₂
- C. CH₃-CH₂
- D. R₂C=O
|
O-R
- E. CH₃-CH₂ vecino a C=O
- F. CH₃-CH₂
- G. R - C - O - C
|
O
- H. R - C - O - C
|
O
- Y. Ester Vinilico.

5.1.8 DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VITREA POR CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

Debido a que nos es desconocido el comportamiento térmico del composito semiconductor, buscamos determinar las Tg's de el composito en un intervalo de concentraciones de NH, que va de 0, 15, 30, 35 y 40 % en peso. los resultados obtenidos se muestran en las figuras 22 a 26 y se va incrementando la concentración de NH.

Tabla No 16 .

Valores de Tg del AM - AE a diferentes porcentajes de Negro de Humo (Composito) por la técnica de DSC.

MUESTRA , CONCENTRACIÓN DE NH.	Tg (° C)
0 % de NH, Copolímero de AM - AE	1ª Tg = 7.80, 2ª Tg = - 13.30
15 %	2.86
30 %	4.73
35 %	1ª Tg = 5.59 . 2ª Tg = 64.50
40 %	1ª Tg = 4.30 . 2ª Tg = 73.07

Diseño y Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión mediante Tintas Conductoras

Fig. 22 Diagrama de DSC del Composito a 0% de NH.

C) MUESTRA 3

Sample: M-3 V. CASTANO D. 2F
 Size: 27.8000 mg
 Method: V. CASTANO
 Comment: ATM DE N2 VEL DE CAL 10°C/MIN

DSC

File: C:\M-3-VCEL.597
 Operator: C. VAZQUEZ-RAMOS
 Run Date: 8-Aug-94 12:50

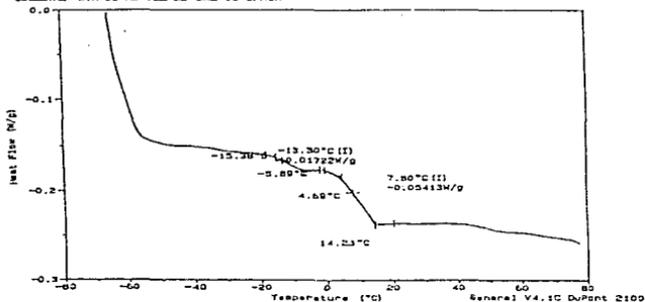
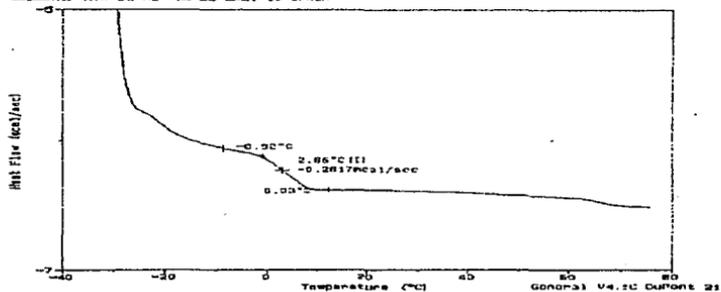


Fig. 23 Diagrama de DSC del Composito a el 15 % de NH.

Sample: VC-M3 JULI 2F
 Size: 31.8000 mg
 Method: VC
 Comment: ATM DE N2 VEL DE CAL. 10°C/MIN

DSC

File: C:\VC-M3JUL.007
 Operator: C. VAZQUEZ-RAMOS
 Run Date: 27-Feb-97 11:11



Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Fig. 24 Diagrama de DSC del Composito a el 30 % de NH.

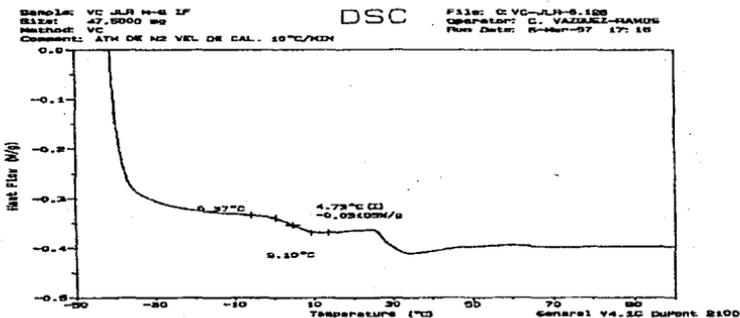
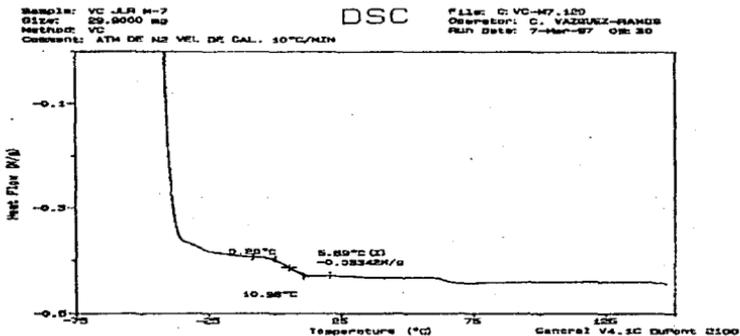


Fig. 25 Diagrama de DSC del Composito a el 35 % de NH.



Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Fig. 25 Diagrama de DSC del Composito a el 35 % de NH (Amplificación).

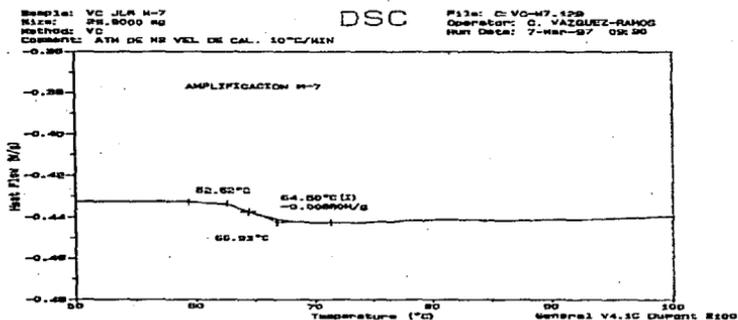
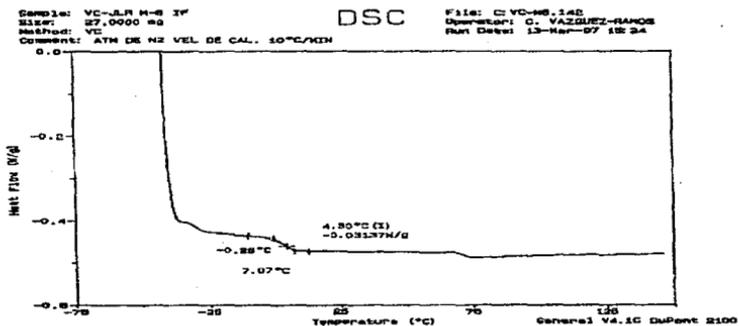
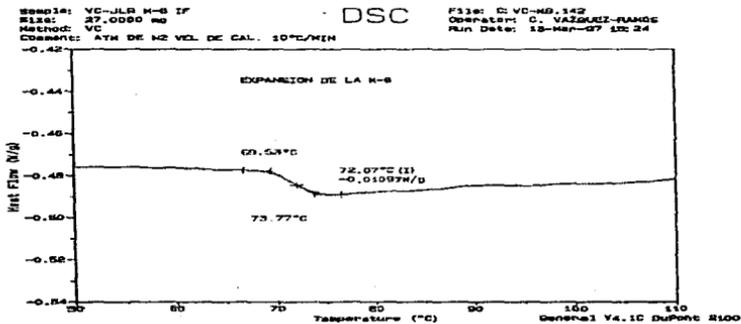


Fig. 26 Diagrama de DSC del Composito a el 40 % de NH.



Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Fig. 26 Diagrama de DSC del Composito a el 40 % de NH (Amplificación).



5.2 PARTE b)

**"OBTENCIÓN Y
CARACTERIZACIÓN
DE UNA
TINTA CONDUCTORA."**

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

5.2.1 OBTENCIÓN DE LA TINTA CONDUCTORA.

La tinta conductora se obtuvo a partir del compuesto de acrilato de metilo-acrilato de etilo y negro de humo; se tomo una muestra a el 40 % en peso de negro de humo y se diluyo en los siguientes solventes:

- Solvente de CCl_4
- Solvente de acetona
- Solvente de Thiner estándar para acrilicos

El CCl_4 y la acetona provocaron que el compuesto se gelara y no se obtenia la tinta conductora.

El Thiner estándar para acrilicos, si diluia a el compuesto obteniendose una tinta; para aumentarle la conductividad eléctrica se le agregaba una cantidad mayor de negro de humo pero perdía sus propiedades adhesivas y se fragmentaba al secar. Debido a esto se decidio incrementar su conductividad eléctrica con grafito, además del negro de humo.

Por resultado se obtuvo la tinta conductora de una resistencia eléctrica de $40 \Omega/\text{cm}$. La formulación que dio estos resultados fue:

- 100 phr de compuesto al 40 % en peso de negro de humo.
- 20 phr de Thiner estándar.
- 15 phr de negro de humo.
- 10 phr de grafito al 99.99 % de pureza.

PROCEDIMIENTO:

Se colocan todos los materiales en un recipiente de 1 litro, estos se mezclan con la ayuda de un rotor con aspas a 100 RPM durante 4 horas, pasado ese tiempo se obtiene la tinta conductora a la cual se le controla la viscosidad según la cantidad de Thiner estándar agregada.

**5.2.3 CARACTERIZACIÓN POR LA PRUEBA DE ADHESIÓN
(ASTM D 3359-83).**

La tinta se aplico en una superficie lisa de Nylon, aplicandose por medio de Serigrafía; Para ello se prepararon positivos del diseño de el circuito impreso que se realizo con el paquete de diseño de circuitos Tango, estos positivos se utilizaron para hacer mallas de serigrafía con la forma de los circuitos a utilizarse en el Sensor Electrónico de Contactos Oclusales (S.E.C.O.). Una vez hechas las mallas se aplica la tinta con la ayuda de un rasero, filtrandose la tinta sobre la malla y dejando la forma del circuito impreso, la viscosidad se controla con el Thiner estándar para acrílicos. Una vez aplicada la tinta con la malla, se procedio a aplicarle cinta adhesiva sobre la superficie del circuito, de tal modo que al jalarle la cinta vieramos si despegaba o no la tinta de la superficie de Nylon. Se realizaron 10 pruebas, en 3 se despegaba una parte de la tinta, en 2 se despegaba totalmente la impresión y en 5 no se despegaban las líneas impresas de la tinta.

Estos resultados reflejan que la tinta no tiene un mezclado homogéneo, ya que unas partes eran muy adhesivas, otras no tanto y otras despegaban totalmente, además de que influye el espesor de la tinta aplicada con la malla.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

5.2.4 CARACTERIZACIÓN POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.

La muestra se preparo aplicando una pelicula de la tinta sobre el portamuestra. Las micrografias se presentan a ampliaciones de 150 X, 500 X, 1000 X, y 2000 X. (Figuras 27 a, b, c y d respectivamente)

Fig. 27a Micrografia de la Tinta Conductoras, ampliación 50X



Fig. 27b Micrografia de la Tinta Conductoras, ampliación 150X.



Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Fig. 27c Micrografía de la Tinta Conductor, amplificación 1000X.

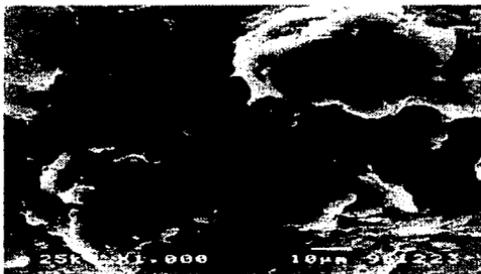


Fig. 27d Micrografía de la Tinta Conductor, amplificación 2000X.

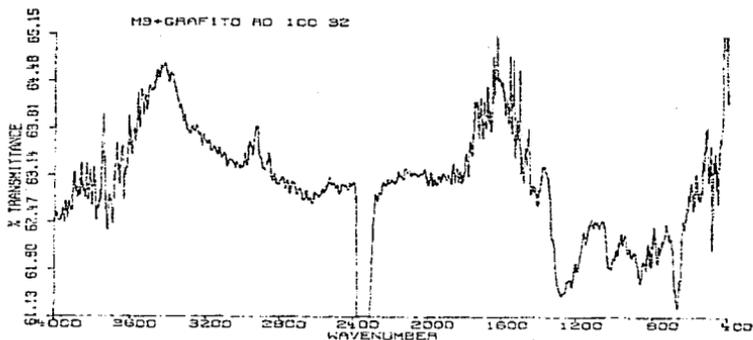


5.2.5 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO (FTIR).

El espectro infrarrojo obtenido fue registrado usando la técnica de reflexión difusa. La muestra de tinta es secada hasta obtener un polvo y así poder obtener el infrarrojo.

La figura 28 presenta el infrarrojo de la tinta y se obtiene de ahí a los grupos funcionales que hay en la tinta conductora.

Fig. 28 Espectro de Infrarrojo de la Tinta Conductoras.



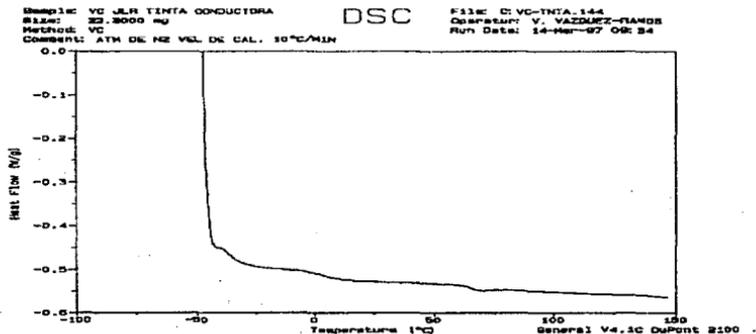
5.2.6 GRUPOS FUNCIONALES QUE SE ENCUENTRAN EN LOS ESPECTROS DE FTIR DE LA TINTA CONDUCTORA.

- A. p-OH ALCOHOL PRIMARIO
- O. C=N-H AMINA INSATURADA
- P. O-NO_2 NITRATO
- Q. =C-O-C AROMATICO Y VINILO
- R. $\begin{array}{c} \text{C-C} \\ \diagdown \quad / \\ \text{O} \end{array}$ EPOXI ESFEROIDAL
- S. C-O-O-C PEROXIDO ALIFATICO
- T. O=C=O DIOXIDO DE CARBONO
- U. S-S GRUPO SULFURO

5.2.7 RESULTADO DE LA DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VITREA POR CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).

La tinta se seca y se le determina la Tg, la figura 29 presenta el comportamiento térmico de la tinta y se determina el valor de la Tg de la tinta conductora.

Fig. 29 Diagrama de DSC de la Tinta Conductoras.



Tg = 65 °C

5.3 ANÁLISIS DE RESULTADOS

La matriz polimérica que dio los resultados esperados para su uso en el S.E.C.O. fue el copolímero de AM - AE usando una relación 60 - 40 en peso de monómeros; Si se varía dicha relación, los resultados en cuanto a comportamiento eléctrico son muy buenos, sólo que son más adhesivos, lo cual es indeseable para su uso en el S.E.C.O.

La carga conductora óptima fue el negro de humo NEGROMEX y debido a que este negro de humo no es hidrofílico, fue necesario el empleo de un tensoactivo para poder dispersar el negro de humo y obtener una pasta moldeable.

El sistema AM - AE más negro de humo al 30 % de NH, nos da por resultado en la prueba de compresión, que el material soporta cargas de hasta 400 Kg en un área de 25 cm² sin sufrir deformaciones, la resistencia eléctrica tiende a cero de manera exponencial.

La prueba de tensión soporto una carga de promedio de 900 daN con una elongación de 273 mm, lo cual es consecuencia de que el composito se elaboró a temperatura ambiente, lo cual no permite que sintence completamente el composito, lo cual afecta su resistencia a la tensión, por lo que es recomendable aplicar U.V. durante una hora ó laminar el composito aplicandole calor a una temperatura cercana a la de fusión, esto con el fin de mejorar su resistencia a la tensión.

La microscopia electrónica de bamdo, nos dice que a mayor % de NH, se van formando aglomerados de NH, los cuales son cubiertos por el copolímero AM - AE; a un 40% de NH el aglomerado ya forma una red continua, teniendo contacto partícula-partícula de NH, causa por la cual se vuelve más conductor el composito; dicha red se modifica al aplicarle presión sobre la superficie del composito generando trayectorias al azar - como lo predice la teoría de percolación - manifestando mayor o menor conductividad en las zonas donde se aplicó la presión.

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

Esto se ve más claramente en las micrografías de la tinta conductora ya que en ellas se observa una red continua de partículas conductoras, las cuales son las que predominan sobre el copolímero AM - AE.

Los resultados del FTIR, demuestran que a mayor % de NH se van recorriendo los espectros iniciales con respecto a el copolímero AM - AE, de tal forma que va apareciendo grupos funcionales atribuidos a el NH; Para el caso de la tinta conductora, comienzan a predominar grupos funcionales atribuibles a el NH y al grafito, modificandose totalmente el espectro de infrarrojo con respecto al del copolímero de AM - AE.

La determinación de la Tg da por resultado que a mayor % de NH se incrementa la Tg copolímero ; A las concentraciones de 35 y 40% de NH presenta dos Tg's consecuencia de que comienza a darse una transición de fase la que se manifiesta con dos Tg's, una de bajo valor y otra de alto valor; para el caso de la tinta conductora se presenta una sola Tg pero de alto valor (Tg = 65°C).

La tinta conductora tiene buenas propiedades de adhesión , debido a que el grafito no tiene un área superficial tan grande como el negro de humo, lo cual hace que se requiera poca carga en comparación con el NH; aunque la dispersión del grafito es más difícil, debiendo estar en estado coloidal

Si se le adiciona puro NH, la tinta pierde sus propiedades adhesivas y queda al momento de aplicarla, en forma pulverulenta, debido a su gran área superficial.

PERSPECTIVAS.

Las perspectivas de la elaboración de este composito semiconductor son prometedoras, ya que mediante su uso con circuitos impresos - Flexibles o rígidos - puede monitorear y cuantificar la presión visulizando la información por medio de una tarjeta de adquisición de datos en un monitor de PC según el desarrollo del Software requerido, debido a que se tiene una gran variedad de aplicaciones tales como:

- Sensor electrónico de contactos Oclusales (S.E.C.O., Fig. 30)

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

- Sensor de nivel.
- Control de ajuste digital.
- Tabletas de dibujo.
- Sensor de presión de aceite
- Switch de panel
- Podómetro digital (Fig. 31)

Para el caso de la tinta conductora sus perspectivas de aplicación son:

- Elaboración de circuitos flexibles.
- Biosensores de Glucosa (Amperométricos)

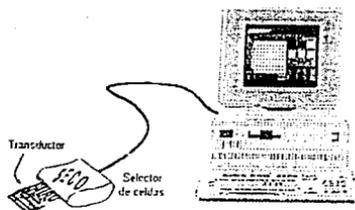


Fig. 30 Sensor electrónico de contactos oclusales (S.E.C.O.)

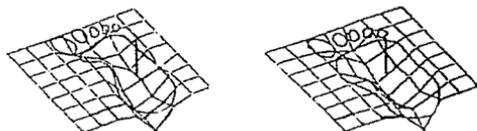


Fig. 31 Podómetro digital.

6. CONCLUSIONES

El sistema estudiado de AM - AE más negro de humo como carga que proporciona las propiedades eléctricas deseadas nos dice que a una concentración de 30% de NH el material se comporta como semiconductor con una resistencia eléctrica de 20 K Ω , con excelente flexibilidad y sensibilidad eléctrica al aplicarle una ligera presión sobre su superficie, lo cual hace que sea usado en sistemas de medición como el S.E.C.O. y el Podómetro digital los cuales monitorean y cuantifican la presión aplicada por medio del composito semiconductor. Este material tiene una amplia gama de aplicaciones con el uso de circuitos impresos, ya sea con los circuitos típicos de cobre o con el empleo de la tinta conductora para elaborar circuitos flexibles por simple impresión y de este modo poder desarrollar equipo de medición de uso biomédico o uso industrial.

Uno de los efectos más importantes que se observo, fue que a mayor carga de NH en el composito y tinta conductora se incrementa la Tg y el módulo de rigidez, obteniendose un material más conductor.

7 . GLOSARIO.

Monómero: Es la unidad mas simple, pura que se repite para formar un polímero.

Polímero: Macromolécula o molécula gigante constituida por una multitud de unidades de repetición (Monómeros), como por ejemplo el polietileno en el cual están unidas por enlaces covalentes por lo menos mil unidades de etileno ($-CH_2-CH_2-$). La palabra proviene de las palabras griegas que significan "muchos" y "partes".

Copolímero: Es el resultado que se da cuando mas de un monómero se polimeriza al mismo tiempo.

Tg : Temperatura de transición vítrea, propiedad característica de los polímeros, en la cual los polímeros vítreos amorfos se vuelven flexibles o como el caucho.

Amorfo: Polímero no cristalino o áreas no cristalinas en un polímero.

NH: Negro de Humo.

phr: Partes por cien de resina (Unidades de formulación adimensionales).

Oclusión: Se define como la relación funcional y disfuncional entre un sistema y integrado por dientes, estructuras de soporte, articulaciones y componentes neuromusculares.

Sistema Sensible a la Presión (Transductor o Sensor): Dispositivo - integrado por el composito y los circuitos flexibles - que responde a un estímulo físico externo (Sonido, Flujo, Carga) produciendo su correspondiente señal eléctrica, según la intensidad de dicho estímulo.

Piezoeléctrico: Es un material que presenta el fenómeno de la piezoelectricidad el cual es una conversión de energía mecánica, como por ejemplo la presión, en energía eléctrica, haciendo mas conductor al material. Ejemplos de piezoelectricos: Los cristales de cuarzo; El Polifluoruro de Vinilo (Polímero); El Colágeno, que es una proteína de tejido conectivo.

8. BIBLIOGRAFIA:

1. Perez, G. " Preparación y caracterización de un dispositivo polimérico sensible a la presión". Tesis Ing. Quim. Fac. de Química, UNAM (1994).
2. Mark H.F. "Polímeros Electro y Fotosensibles", Hules y plásticos Mexicano, 1976.
3. Dos Santos, J. et alius. "Vectorial analysis of the static equilibrium of forces generated in the mandible in centric occlusion, group function, and balanced occlusion relationships". Journal of Prosthetic Dentistry, 1991; 65: p.557-67.
4. Gibbs, C.H., et alius. "Limits of human bite strength". Journal of Prosthetic Dentistry, August, 1986, 56(2), p. 226-29.
5. Helkimo, E., et alius. "Bite force and state of dentition". Act. Odont. Scand., August, 1976, 35, p. 297-303.
6. Mannes, W. L. et alius. "Computerized occlusal analysis: a new technology". Quintessence International, 1987, 18 (4), p. 287-92.
7. Proffit, W. R., et alius. Journal of Dent. Rest. 1983, may, 62 (5); p. 566-571.
8. Pizzi, A. Et al "Handbook of adhesive Technology". 1994; Marcel Drekker, Inc.
9. Brandup J. et alius "Polymer Handbook" 3th Edit. 1989, John Wiley & Sons; p. VI - 216.
10. Svetlana Josifovska, en "Technology Semiconductors"; Electronics Weekly, E.U., 1995, p.20
11. Leon, C. " Síntesis y Caracterización de copolímeros de acrilato de metilo - acrilato de etilo en emulsión". Tesis de Ing. Quím., Escuela de Ciencias Químicas, Universidad La Salle (1995).
12. Studebaker M. "El negro de humo y su poder reforzante en el hule". Phillips Petroleum Company, Stow, Ohio.- Negromex S.A. (1987).

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

- 13..Patton, C. "Carbon Black", Pigment Handbook (1973).
- 14..Keil, E.S. "Carbon Black Polymer Composites: The physics of electrically conducting composites". 1985
15. C. Wong, en "Handbook of Flexible Circuits" (K. Guilleo, Ed.), Van Nostrand Reinhold, New York, 1992, p. 1994.
16. William, P. et alius. "Conductive Ink". Pat. Jan. '18, 1983.
17. Knirsch, F. et alius. "Ink for printers with a selective jet of electrically conductive ink". Pat., August 29, 1984.
18. Koopal, C. "Third-generation glucose biosensor incorporated in a conducting printing ink". Sensors and Actuators B (18-19). 1994, p. 166-170.
19. Celanese Mexicana. "Monómeros". Folleto técnico (1986).
20. Celanese Mexicana. "Monómeros". Folleto técnico (1996).
21. Química Henkel. "Tensoactivo DISPONIL". Folleto técnico. (1996).
22. Química Argostal, "Persulfato de Amonio". Folleto técnico. (1996).
23. BASF. "Surfactante PLURONIC". Folleto técnico. (1996).
24. Negromex. "Negro de Humo". Folleto técnico (1994).
25. Ascencio, J.A. "Principios, Desarrollo y aplicación de la Técnica de Canalización de electrones en un Microscopio Electrónico de Barrido Convencional". Tesis Físico, Facultad de Ciencias Matemáticas, Universidad de Guadalajara. 1993.
26. Campbell, D. White, J.R. "Polymer Characterization. Physical Techniques". Chapman & Hall. London (1989).
27. Pouchert, C.J. "The Aldrich Library of Infrared Spectra". Aldrich Chemical Company Inc. 3ª edición E.U.A. (1981).

Caracterización de un Sistema Sensible a la Presión por medio de Tintas Conductoras

28. Koenig, J.L. " Espectroscopy of Polymers". American Chemical Society Professional Reference Book, Washington D.C. (1992).
29. Allen, G. Bevington, J. "Comprehensive Polymer Science". Vol. 1 Polymer Characterization. Pergamon Press. England (1989).
30. Méndez, E., Rangel, J.L. et al " Diseño y construcción de un Podómetro Digital" 11o. Congreso de Instrumentación, Sociedad Mexicana de Instrumentación. Morelia, Mich. 1996. P. 174