Aspectos estructurales, reológicos y dieléctricos de la etil celulosa

Isaac Yair Miranda Valdez, Carlos Adrián Camarillo Hernández, Martín Edgar Reyes Melo, Jesús Gabino Puente Córdova, Beatriz Cristina López Walle
Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica,
Universidad Autónoma de Nuevo León
isaacmirandav@gmail.com

RESUMEN

En este trabajo se describen la estructura y los comportamientos reológico y dieléctrico de la etil celulosa (EC) para demostrar su posible utilización como soporte mecánico y componente dieléctrico en dispositivos de medición de parámetros biológicos. Los resultados obtenidos de reometría tradicional, FTIR, DMA y DEA, permitieron la manufactura y caracterización de películas de EC con espesor de ~30 µm, una T_g de ~155°C y valores de ε_r', ε_r'' y tan δ_e similares a los de los polímeros dieléctricos utilizados en la industria eléctrica, electrónica y/o mecatrónica. Durante este trabajo se discuten las propiedades de la EC con base en su estructura.

PALABRAS CLAVE

Etil celulosa, reología, permitividad eléctrica.

ABSTRACT

Aiming the possible utilization as a mechanical support and dielectric component in devices employed for measuring biological parameters, in this work are described the structure, and rheological and dielectric behaviors of ethylcellulose (EC). The results obtained by traditional rheometry, FTIR, DMA and DEA, allowed the manufacture and characterization of EC films with a thickness of ~30 µm, a T_g of ~155°C, and values of ε_r', ε_r'' and tan δ_e close to the ones of the polymers used in the electrical, electronic and/or mechatronic industry. Throughout this work, the properties of EC are discussed considering its structure.

KEY WORDS

Ethylcellulose, rheology, electric permittivity.

INTRODUCCIÓN

La etil celulosa (EC) se caracteriza por tener una estructura macromolecular en forma de cadenas no ramificadas, que se obtiene a partir de la modificación estructural del biopolímero de mayor abundancia sobre la superficie terrestre, la celulosa. Este biopolímero es un polisacárido que forma parte del sistema estructural multicelular de los vegetales. La celulosa se sintetiza mediante una reacción de polimerización de la α-D-glucopiranosa (D-glucosa), que se cataliza mediante complejos enzimáticos (celulosas sintasas). Estos complejos enzimáticos

se ensamblan formando macroestructuras en forma de rosetas hexaméricas que se localizan en las membranas plasmáticas. Las cadenas de celulosa producidas de esta manera se agrupan en estructuras cristalinas formando microfibrillas de celulosa. Dicho proceso es fundamental para el crecimiento anisotrópico de la gran diversidad de especies vegetales (plantas superiores).[1-3] En la figura 1 se presenta un esquema de la biosíntesis de la celulosa a partir de moléculas de D-glucosa, las cuales a su vez son obtenidas a partir de moléculas más pequeñas, CO_2 y H_2O, mediante el proceso de fotosíntesis.

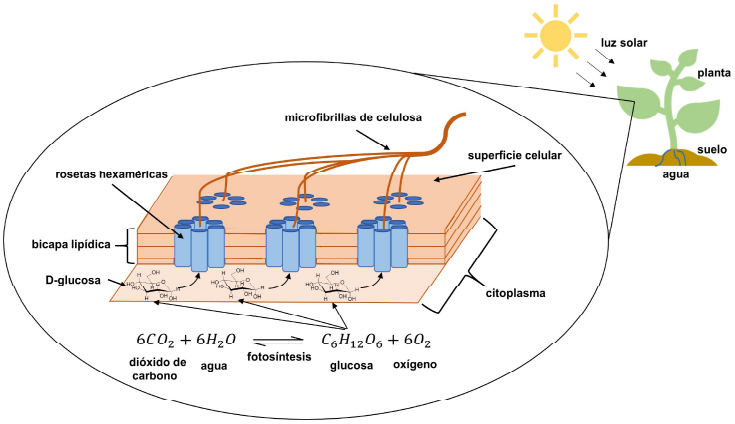

Fig. 1. Proceso de biosíntesis de la celulosa.

Las microfibrillas de celulosa se acumulan en la parte externa de la membrana plasmática en combinación con macromoléculas de hemicelulosa y lignina, entre otros compuestos, constituyen la pared celular de las células vegetales; la proporción en que se encuentran estos componentes es función del género y especie de dichos vegetales. La extracción de microfibrillas de celulosa a partir de tejidos vegetales como la madera, el algodón, el cáñamo y el ramio es un proceso muy antiguo. Fue el francés Anselme Payen (1795-1871) quien por primera vez logró separar la madera en sus componentes, extrayendo un material fibroso blanco, al que llamó "celulosa" [1,4]. Hoy en día se puede extraer celulosa a partir de una gran variedad de especies vegetales, para lo cual es necesario que la mayor parte de los otros componentes, principalmente la lignina, deban de ser removidos por disolución con agentes químicos, evitando con esto que la celulosa adquiera un tono amarillo debido a la oxidación de la lignina [5,6]. Esta celulosa purificada (también conocida α-celulosa, celulosa química, pasta de disolver, o simplemente celulosa), es un "polímero sólido" incoloro, inodoro y no tóxico, con propiedades importantes desde un punto de vista industrial y científico: buena resistencia mecánica, biocompatibilidad, hidrofilia, estabilidad térmica, alta capacidad de sorción y una apariencia óptica modificable [1,4]. Estas propiedades posicionan a la celulosa en importantes aplicaciones; por ejemplo, como materia prima en la industria para la fabricación de papel y de cartón. Sin embargo, ampliar la gama de aplicaciones de la celulosa, así como su utilización eficiente, representa un gran desafío debido a su escaza solubilidad. Para resolver este inconveniente, se puede modificar su estructura mediante reacciones de esterificación y de eterificación, obteniéndose como resultado una variedad de derivados de celulosa.

PROCESO DE SÍNTESIS DE LA ETIL CELULOSA

Los cristales de las microfibrillas de celulosa (figura 2) tienen grupos químicos del tipo hidroxilo, acetal y aldehídico. A través de estos grupos químicos, la celulosa puede experimentar reacciones químicas tales como: oxidación, sustitución, reemplazo, despolimerización, hidrólisis, reducción, adición de injertos y reacciones de intercambio de bases. Entre estos tipos de reacciones las que se utilizan con mayor frecuencia en el sector industrial son las de adición y de sustitución, en las cuales están involucrados los grupos hidroxilos. Sin embargo, los puentes de hidrógeno entre los grupos hidroxilos en las posiciones 2, 3 y 6 de cada unidad repetitiva de la celulosa, dificultan la intrusión de otras especies químicas, impidiendo con esto la posible reacción de adición o de sustitución en las cadenas de celulosa. Pero, si los grupos hidroxilos se encuentran disponibles para la reacción, se producen derivados de celulosa con un elevado grado de uniformidad en su estructura.[7,8,9]

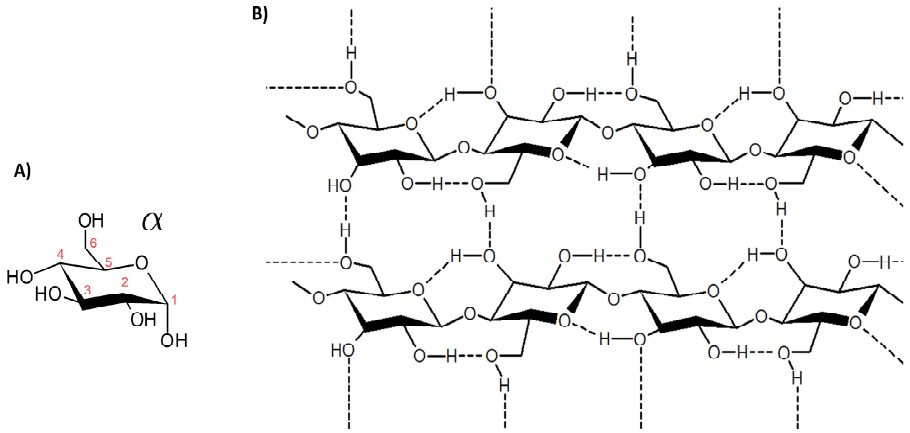

Fig. 2. A) Unidad base de la celulosa, B) cadenas poliméricas de celulosa interaccionando entre sí mediante puentes de hidrógeno.

A nivel industrial, existen dos mecanismos o procesos mediante los cuales se pueden hacer reaccionar los grupos hidroxilos de la celulosa; el primero es un proceso de esterificación y el segundo es un proceso de eterificación. Mediante un proceso de esterificación se obtienen como derivados de celulosa los siguientes productos: acetato de celulosa, nitrato de celulosa, butirato de celulosa y así como también mezclas de estos. Por otra parte, mediante el proceso de eterificación se obtienen derivados tales como: carboximetil celulosa (CMC), bencil celulosa (BC), metil celulosa (MC) y etil celulosa (EC). Este último es el objeto de estudio de este trabajo.

Para la producción de EC se utiliza el proceso de eterificación mediante el cual se modifica la estructura de la celulosa. En este proceso se puede utilizar celulosa de cualquier fuente, como algodón o madera. En una primera etapa del proceso, la celulosa se somete a un tratamiento químico con una solución concentrada de hidróxido de sodio, obteniéndose celulosa alcalina. Posterior a esto, la celulosa alcalina se somete a un proceso de alquilación (transferencia de un grupo alquilo de una molécula a otra), utilizando reactivos tales como cloruro de etilo o sulfato de etilo. La temperatura a la que se lleva a cabo el proceso de alquilación debe

controlarse para evitar la degradación o destrucción, tanto de la celulosa como del agente alquilante. En el proceso de alquilación, un grupo etilo debe sustituir a un grupo hidroxilo de una unidad repetitiva de la celulosa. El número de hidroxilos que se logran sustituir a lo largo de las cadenas de celulosa representa el grado de sustitución (DS). La figura 3 es un esquema de la reacción de eterificación de Williamson mediante la cual se obtiene la etil celulosa.

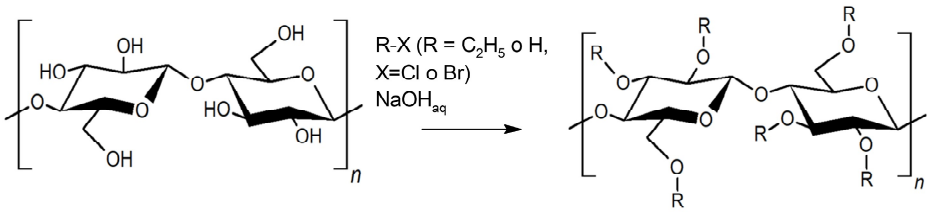

Fig. 3. Esquema de la reacción de eterificación de la celulosa para la obtención de etil celulosa.

PROPIEDADES DE LA ETIL CELULOSA

Las propiedades de la EC dependen principalmente del DS promedio obtenido en la reacción de sustitución de las macromoléculas de celulosa. En la figura 2 se identifica que, cada unidad repetitiva de cadenas de celulosa tiene 3 grupos hidroxilos que podrían ser sometidos a un proceso de eterificación (alquilación). Por lo tanto, se pueden obtener diferentes DS de EC, lo que se traduce en productos de EC con diferente grado de solubilidad. Dicho en otras palabras, existe una dependencia muy fuerte entre el DS y la solubilidad de la EC. Un producto comercial de EC que contiene entre 47 y 48 % de grupos etilo tiene un DS entre 2.4 y 2.5, lo que representa el promedio de grupos OH que fueron sustituidos por grupos etilo. Muestras de EC con DS entre 0.5 y 1.0 son solubles en soluciones alcalinas acuosas. EC con DS entre 1.0 y 1.5 presenta solubilidad en agua. Cuando el DS se encuentra entre 2.4 y 2.5, la EC presenta buena solubilidad tanto en solventes polares como no polares. Si la EC tiene un DS>2.5, la solubilidad en solventes polares ya no es posible; sin embargo, se obtiene buena solubilidad con solventes no polares como el tolueno.[7]

Además de la solubilidad, el DS también define a otras propiedades. En este sentido, la EC se comporta como termoplástico (propiedad que no presenta la celulosa), y puede ser sometida a procesos de transformación como la extrusión. Cuando el DS de la EC aumenta de 2.4 a 2.5, su temperatura de reblandecimiento disminuye; sin embargo, cuando el DS es mayor que 2.5, su temperatura de reblandecimiento aumenta, y es menos termoplástico.[7,10] Por otra parte, desde un punto de vista eléctrico, la EC tiene una estructura a base de enlaces covalentes (ausencia de electrones libres), pero con una distribución asimétrica de los portadores de carga eléctrica, lo que da origen a dipolos eléctricos a lo largo de las cadenas poliméricas. Como consecuencia de lo anterior, la EC no debe de manifestar, bajo la acción de un campo eléctrico, corrientes eléctricas a base de un flujo de electrones, pero sí manifestar corrientes eléctricas débiles (del orden de magnitud de picoamperes) debidas a la orientación de dipolos. A su vez, dada

la elasticidad entrópica de las cadenas, la carga eléctrica almacenada en películas de EC permitiría su aplicacion como material dieléctrico.[11,12] El efecto del DS de la EC sobre la orientación de dipolos (polarización eléctrica) no se ha abordado como tal en la literatura.

En este trabajo, se evaluaron tres solventes orgánicos para la solubilización de EC con un DS entre 2.4 y 2.5. Las soluciones obtenidas fueron caracterizadas mediante reología tradicional para determinar las curvas de viscosidad *vs* rapidez de deformación a temperatura constante. Posterior a la selección del solvente, se procedió a definir un proceso "casting", mediante el cual se manufacturaron películas de espesor controlado de EC. Finalmente, se llevaron a cabo las caracterizaciones de las muestras mediante espectroscopia de infrarrojo (FTIR), análisis mecánico dinámico (DMA) y análisis eléctrico dinámico (DEA).

PARTE EXPERIMENTAL

Materiales

Las muestras de EC estudiadas en este trabajo (ethocel estándar 45) fueron adquiridas de The Dow Chemical Company. Esta muestra de ethocel tiene un contenido de grupos CH_3-CH_2- de 48.0 a 49.5% (DS ≈2.4 a 2.5). Los solventes orgánicos seleccionados para este trabajo fueron dos solventes considerados como no polares, tolueno y xileno de alta pureza, 99.8 y 99.9 %, respectivamente (adquiridos de J.T. Baker), y además también fue evaluado un solvente polar, el tetrahidrofurano (THF), al 99.9% de pureza, de Fisher Scientific. Estos solventes fueron seleccionados para este trabajo con base a su punto de ebullición y a su permitividad eléctrica relativa. En la tabla I se muestran estas propiedades y se toma como referencia al agua (solvente altamente polar).

Tabla I. Propiedades de solventes orgánicos seleccionados.

Solvente	Punto de ebullición (°C)	Permitividad eléctrica relativa
THF	66	7.5
Tolueno	111	2.4
Xileno	144	2.6
Agua	100	80

Evaluación de los solventes para la EC

Para cada solvente, se prepararon soluciones a 3 niveles de concentración. En la tabla II se presentan las concentraciones de las soluciones preparadas para cada solvente estudiado.

Cada una de las soluciones de la tabla II fue preparada de acuerdo con la siguiente metodología. A una temperatura de 60°C y mediante agitación magnética, las soluciones fueron mezcladas durante 60 minutos a una velocidad de 900 rpm. Para evitar la formación de aglomerados de EC, ésta fue agregada al solvente gradualmente, en un tiempo menor a 5 minutos. Posterior a esto, cada una de las soluciones fue caracterizada mediante reometría tradicional y se registró, a temperatura ambiente para cada muestra, la curva de viscosidad en función de la rapidez de deformación.

Tabla II. Soluciones de EC preparadas.

Solvente	% en peso de EC con respecto al peso de solvente	Cantidad de EC en g	Cantidad de solvente en g
Tolueno	8	0.8	10
	9	0.9	10
	10	1.0	10
Xileno	8	0.8	10
	9	0.9	10
	10	1.0	10
THF	8	0.8	10
	9	0.9	10
	10	1.0	10

Caracterización de la viscosidad

Las mediciones de la viscosidad se llevaron a cabo en un reómetro Anton Paar MCR 301, utilizando una geometría de cono y plato. Los experimentos fueron realizados a temperatura constante de 23°C, para un intervalo de rapidez de deformación de 0.01 s^{-1} a 10^3 s^{-1}. A partir de las curvas de viscosidad obtenidas y considerando también los datos de la tabla I, se seleccionó a uno de los solventes para continuar con el estudio de los aspectos estructurales, reológicos y dieléctricos de la EC. Utilizando el solvente seleccionado, se definió un proceso de "casting" a partir del cual se fabricaron las películas de espesor en el orden de magnitud de los micrómetros.

Proceso de manufactura de películas de EC

Para la fabricación de películas de espesor controlado, se utilizó el solvente previamente seleccionado, y se preparó una solución al 10 % en peso, descrita en una sección precedente (ver también la tabla II). Las concentraciones al 8 y 9 % también pueden ser utilizadas porque tienen un comportamiento pseudoplástico que facilita el proceso de "casting"; sin embargo, requieren de mayor cantidad de solvente. La solución obtenida fue sometida a un proceso "casting" en cajas de Petri de 150 mm de diámetro. Las cajas Petri fueron cubiertas con papel aluminio con orificios, esto con la finalidad de evitar contaminación durante el proceso "casting". En este proceso, la solución en las cajas Petri se dejó reposar por 72 horas a temperatura constante de 23°C para eliminar la mayor parte de solvente de la solución mediante un proceso de convección natural. Transcurrido este tiempo, las películas fueron desprendidas de las cajas Petri y almacenadas en un desecador. Previo al almacenamiento, se midió el espesor de las películas utilizando un micrómetro Mitutoyo. Posterior a esto, las películas fueron caracterizadas mediante FTIR, DMA y DEA.

FTIR

El espectro FTIR para la película de EC analizada fue obtenido mediante un espectrofotómetro IRAffinity-1 Shimadzu con el accesorio de reflectancia total atenuada (ATR). Para tal efecto, se llevó a cabo la medición del porcentaje (%)

de transmitancia en la muestra, para un intervalo de número de onda de 390 a 4700 cm^{-1} y tomando un total de 64 barridos.

ANÁLISIS MECÁNICO DINÁMICO

La caracterización de la muestra mediante DMA se llevó a cabo en el modo tensión en un reómetro Anton Paar MCR 301 equipado con un accesorio UXF12/UNI y un horno de convección CTD 450. La geometría de la muestra estudiada fue en forma de película con dimensiones de 20 mm de longitud y 7 mm de ancho, con el correspondiente espesor de la película-muestra. La muestra fue sometida a una deformación sinusoidal con una amplitud de 0.05% y una frecuencia constante de 1 Hz, en un intervalo de temperatura de 30 a 220°C con una tasa de calentamiento de 2°C/min. Los resultados fueron registrados en forma de módulo elástico complejo, $E^* = E' + iE''$. A partir de la parte real $E'(T)$ y de la parte imaginaria $E''(T)$, se calculó la dependencia en temperatura de $\tan\delta_m = \frac{E''}{E'}$. δ_m es el ángulo de desfase entre el estímulo aplicado y la respuesta obtenida en el DMA.

Análisis eléctrico dinámico (DEA)

Para la caracterización de la película-muestra mediante DEA, se utilizó el módulo dieléctrico del reómetro Anton Paar MCR 301 con geometría de platos paralelos, el cual está equipado también con un electrómetro Agilent E4980A. La muestra estudiada fue en forma de disco con el correspondiente espesor de la película muestra, con un diámetro de 25 mm. El estímulo eléctrico aplicado a la muestra fue en forma sinusoidal con una amplitud de 0 a 1 V a temperatura constante, en un intervalo de frecuencias de 20 Hz a 2 MHz. Se llevaron a cabo varias mediciones experimentales isotérmicas entre 25 y 185°C, de las cuales se calcularon los gráficos de la parte real y la parte imaginaria de la permitividad eléctrica relativa compleja, $\varepsilon_r^* = \varepsilon_r' - i\varepsilon_r''$. A partir de estos resultados isotérmicos se construyeron gráficos isócronos para ε_r', ε_r'', y $\tan\delta_e$. δ_e es el ángulo de desfase entre el estímulo aplicado y la repuesta obtenida en el DEA.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos a partir de cada una de las caracterizaciones realizadas se presentan y discuten acorde a su descripción en la sección de la parte experimental.

Caracterización de la viscosidad

La figura 4 muestra las curvas de viscosidad *vs* rapidez de deformación (reogramas) para las soluciones correspondientes a los tres tipos de solvente y para las tres concentraciones. Dichos reogramas tienen la forma típica de un comportamiento pseudoplástico (disminución de la viscosidad cuando la rapidez de deformación aumenta). Para los tres tipos de soluciones se identifica que, al incrementarse la concentración de solvente, las curvas de viscosidad disminuyen globalmente en todo el intervalo de análisis. Sin embargo, para las soluciones con THF el comportamiento pseudoplástico es más pronunciado que el observado

para las soluciones con tolueno, siendo las soluciones con xileno en las que se identificó el menor efecto pseudoplástico.

Al tomar en consideración los reogramas de cada una de las muestras de la figura 4, se establece que los tres solventes tienen la capacidad de disolver a la EC, siendo el THF el que disminuye de manera más pronunciada la viscosidad; sin embargo, este solvente tiene la mayor permitividad eléctrica. Por lo tanto se tomó como criterio seleccionar al solvente con menor permitividad, con el objetivo de reducir su influencia en las mediciones eléctricas. Por esta razón, las películas de EC fueron fabricadas utilizando tolueno como solvente. Las películas obtenidas fueron analizadas para determinar su espesor, utilizando para tal un micrómetro Mitutoyo, y obteniendo un valor de 30 µm.

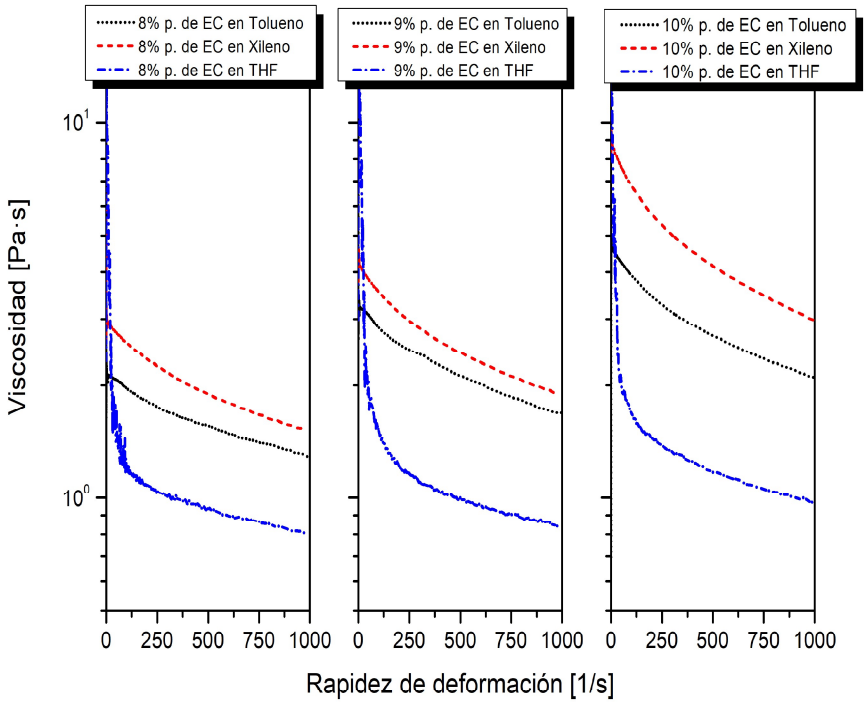

Fig. 4. Reogramas de soluciones de EC para tres diferentes tipos de solventes a tres niveles de concentración.

Resultados de FTIR

La figura 5 corresponde al espectro FTIR obtenido para la película-muestra de EC de 30 µm de espesor. Este gráfico fue comparado con resultados experimentales de la literatura [13], para de esta manera, identificar los diferentes modos de vibración de los grupos químicos de la EC, los cuales deben estar asociados a determinada banda del espectro FTIR. Todas las bandas FTIR identificadas en la figura 5 corresponden a las reportadas en la literatura para la EC.

La banda que se localiza a 3478 cm^{-1} corresponde a modos de estiramiento de los grupos OH; la banda a 1051 cm^{-1} es atribuida al estiramiento del éter cíclico C-O-C; la banda localizada a 2973 cm^{-1} corresponde a modos de vibración de estiramiento asimétrico de los grupos CH; y las bandas a 1443 cm^{-1} y 1374 cm^{-1}

son atribuidas a flexiones de los grupos químicos CH_2 y CH_3, respectivamente [13, 14]. Con estos resultados se corrobora que la muestra estudiada corresponde a una estructura de EC.

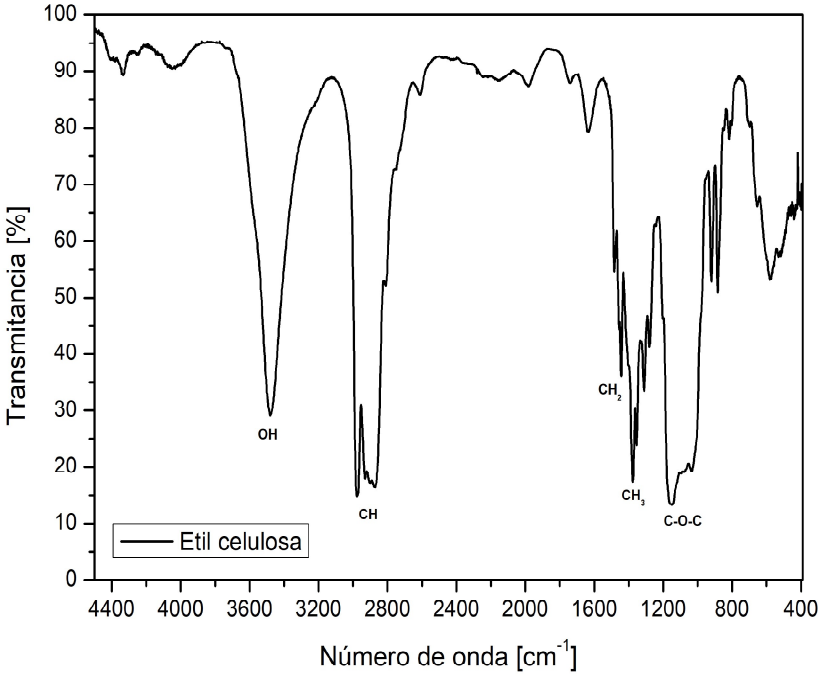

Fig. 5. Espectro FTIR obtenido para la película de EC.

Resultados de DMA

Los resultados obtenidos mediante DMA se presentan bajo el formalismo matemático de los números complejos, en donde el módulo elástico complejo se define como: $E^* = E' + iE''$. La parte real, E', está relacionada con el almacenamiento de energía, y la parte imaginaria, E'', se relaciona con la disipación de energía. La figura 6 corresponde a los gráficos isócronos de E', E'' y $\tan\delta_m$ para una película-muestra de 30 µm de espesor y para una frecuencia constante de 1 Hz.

Se identifica en los tres gráficos que, en el intervalo de temperatura I, de 30 a 140°C, el comportamiento reológico en las muestras es más elástico que viscoso, ya que $E'(T)$ tiene su valor máximo a bajas temperaturas y se mantiene casi sin variación cuando la temperatura aumenta, mientras que $E''(T)$ y $\tan\delta_m$ se incrementan de una manera no pronunciada cuando la temperatura aumenta. Por otra parte, en el intervalo de temperatura II, de 140 a 160 °C, $E''(T)$ y $\tan\delta_m$ presentan un máximo; en cambio, $E'(T)$ disminuye de manera pronunciada cuando la temperatura aumenta. Este comportamiento corresponde a la manifestación mecánica de la transición vítrea (relajación principal) de la EC, y la temperatura en la que se presenta el pico para $\tan\delta_m$ es una estimación de la temperatura de transición vítrea, T_g= 155°C. Finalmente, para el intervalo de temperatura III, de 160 a 220°C, E' vuelve a incrementarse cuando la temperatura aumenta, lo que puede ser explicado, por el hecho de que la muestra era completamente amorfa, y al aumentar la temperatura, se alcanza la cristalización de las cadenas de EC.

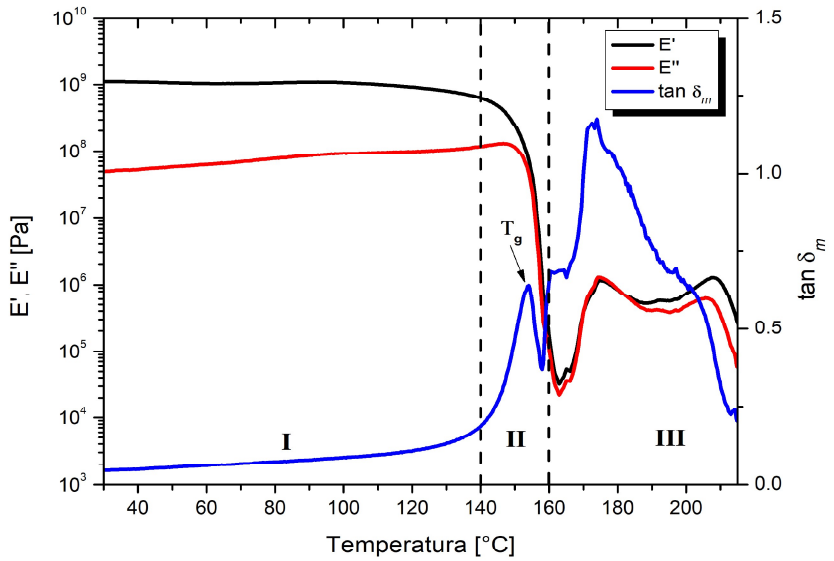

Fig. 6. Resultados obtenidos mediante DMA para una película de EC.

A este fenómeno se asocian valores máximos para $E''(T)$, y para $\tan\delta_m$, y el proceso se identifica como "cristalización fría". Una vez que se han formado los cristales, si se sigue incrementando la temperatura, dichos cristales presentarán un proceso de fusión.

Resultados de DEA

Los resultados obtenidos mediante DEA también se presentan bajo el formalismo matemático de los números complejos, en donde la permitividad eléctrica relativa compleja se define como: $\varepsilon_r^* = \varepsilon_r' - i\varepsilon_r''$; la parte real está relacionada con el almacenamiento de carga eléctrica y la parte imaginaria con la disipación de carga eléctrica. Las figuras 7 y 8 corresponden a los gráficos isotérmicos de ε_r' y ε_r'', para la película-muestra de 30 µm de espesor, en un intervalo de frecuencia que va de 20 Hz a 2 MHz, y para temperaturas constantes diferentes, en un intervalo de 25 a 185°C.

En la figura 7 se identifica que, para una temperatura constante, cuando la frecuencia aumenta, ε_r' disminuye, y este comportamiento es más pronunciado en las curvas isotérmicas cuando la temperatura aumenta. Este comportamiento está asociado con los dipolos eléctricos que constituyen la estructura de la EC y significa que, a frecuencias bajas y temperaturas altas, los dipolos eléctricos tienen el tiempo necesario para orientarse y seguir el voltaje sinusoidal aplicado a la muestra; por lo tanto, la capacidad de almacenamiento de carga eléctrica en la muestra es mayor para frecuencias bajas y altas temperaturas.

Por otra parte, la figura 8 muestra las curvas isotérmicas de ε_r''. Se identifica en estas isotermas que, para las frecuencias de análisis más bajas y a las temperaturas mas elevadas, ε_r'' tiene sus valores más elevados. Esto significa que, bajo este escenario, la muestra de EC tiene su mayor capacidad de disipación de energía (a través de corrientes eléctricas).

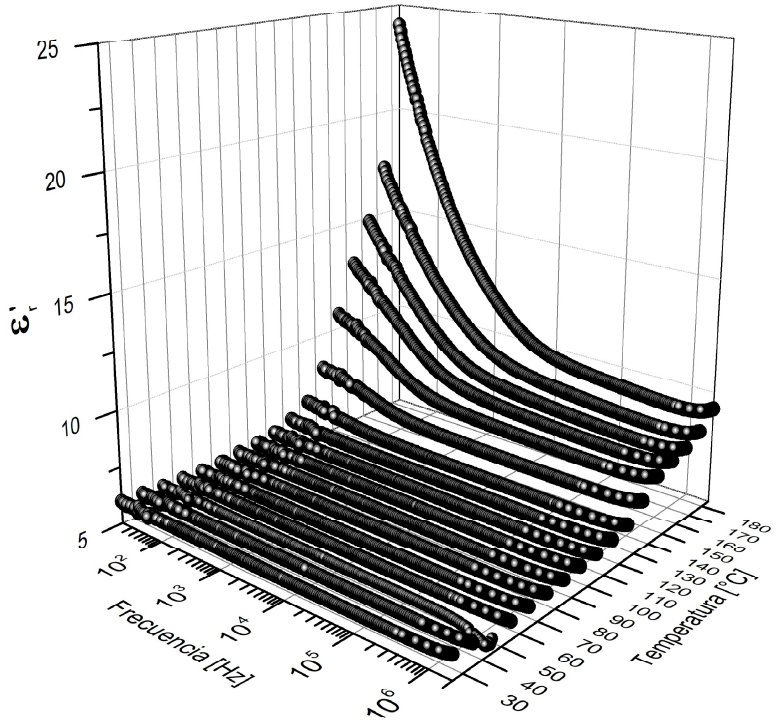

Fig. 7. Resultados obtenidos mediante DEA para una película de EC, parte real de ε_r^*.

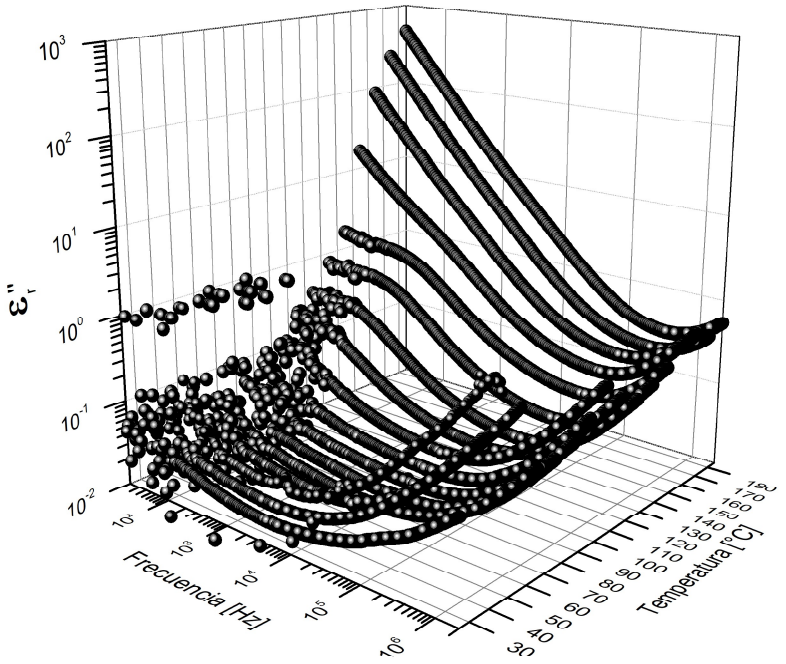

Fig. 8. Resultados obtenidos mediante DEA para una película de EC, parte imaginaria de ε_r^*.

Con la finalidad de hacer un comparativo entre los dos tipos de ensayos dinámicos: mecánico y eléctrico, se construyeron curvas isócronas de ε_r', ε_r'', y $\tan\delta_e = \frac{\varepsilon_r''}{\varepsilon_r'}$, para una frecuencia de 2 MHz, frecuencia en donde fueron más evidentes los picos de relajación. Esto permitió identificar la manifestación eléctrica de la transición vítrea (relajación principal) de la EC a ~160°C. La figura 9 presenta estas curvas isócronas. Se observa que cuando la temperatura aumenta, la capacidad de almacenamiento de carga eléctrica también, puesto que ε_r' aumenta. La diferencia entre las T_g estimadas mediante DMA y DEA, se explica por el hecho de que son manifestaciones diferentes de un mismo fenómeno, la transición vítrea. En las curvas isócronas de ε_r'' y $\tan\delta_e$ se identifican dos picos de relajación que no se identifican en las correspondientes curvas de E' y $\tan\delta_m$.

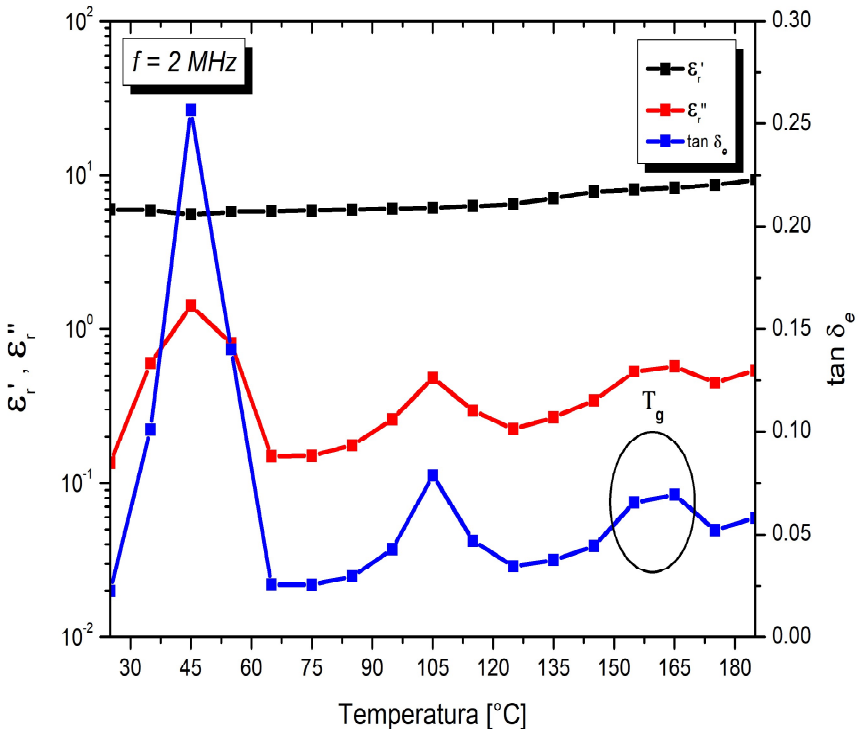

Fig. 9. Curvas isócronas obtenidas mediante DEA para una película de EC. $\varepsilon_r'(T)$, $\varepsilon_r''(T)$, y $\tan\delta_e = \frac{\varepsilon_r''}{\varepsilon_r'}$.

Esto se debe a que el DEA es una técnica de caracterización en la que solamente responden los grupos químicos de la EC que tienen momento dipolar eléctrico no compensado, mientras que en el DMA responden al estímulo todos los grupos químicos; sin embargo, se requiere un estudio con mayor detalle para identificar los grupos químicos o dipolos asociados con estos picos de relajación secundaria.

Finalmente, al comparar la curva $E'(T)$ de la figura 6 con la curva ε_r' de la figura 9, se observa un comportamiento opuesto entre las propiedades mecánicas y las dieléctricas: cuando la temperatura aumenta, las propiedades mecánicas disminuyen mientras que las dieléctricas aumentan, y viceversa.

CONCLUSIÓN

Se obtuvieron películas de EC de un espesor de 30 µm, con un comportamiento reológico y dieléctrico que las posiciona como candidatos importantes para desempeñar la función de material dieléctrico; son mecánicamente flexibles con una T_g superior a la temperatura ambiente, tienen valores de permitividad eléctrica relativa similares a las de polímeros dieléctricos y son insolubles al agua. Los tres solventes evaluados podrían ser utilizados para la fabricación de películas; sin embargo, considerando que la absorción de humedad es un aspecto negativo para un material dieléctrico, se recomiendan utilizar aquellos solventes que, además de solubilizar a la EC, induzcan un efecto pseudoplástico y que tengan una permitividad eléctrica relativa típica de solventes no polares. El comportamiento eléctrico y reológico de las películas de EC es tal, que sus propiedades mecánicas disminuyen mientras que las eléctricas aumentan cuando la temperatura se incrementa. El origen de la EC, su proceso de síntesís y los resultados obtenidos en este trabajo, posicionan a dicho polímero, como potencial candidato para su utilización en la industria eléctrica, electrónica y/o mecatrónica.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. H. E. McFarlane, A. Döring, S. Persson; The cell biology of cellulose synthesis. Annu. Rev. Plant Biol., 2014, Vol. 65, pp. 69–94.
2. C. Kesten, A. Menna, C. Sánchez-Rodríguez; Regulation of cellulose synthesis in response to stress. Current Opinion in Plant Biology, 2017, Vol. 40, pp.106–113.
3. Candace H. Haigler, Alison W. Roberts; Structure/function relationships in the rosette cellulose synthesis complex illuminated by an evolutionary perspective. Cellulose, 2019, Vol. 26, pp. 227–247.
4. J. T. McNamara, J. L.W. Morgan, Jochen Zimmer; A molecular description of cellulose biosynthesis. Annu. Rev. Biochem., 2015, Vol. 84, pp. 895–921.
5. L. da Luz Seben, I. Carísio de Paula; Cellulose pulp extraction from vegetable wastes: considerations about environmental and economic sustainability criteria. Proceedings International Conference on Industrial Engineering and Operations Management, ICIEOM 2012 - Guimarães, Portugal.
6. E. Kopania, J. Wietecha, D. Ciechańska; Studies on isolation of cellulose fibres from waste plant biomass. FIBRES & TEXTILES in Eastern Europe, 2012, Vol. 20, No. 6B (96), pp. 167-172.
7. William Koch; Properties and uses of ethylcellulose. Industrial and Engineering Chemistry, 1937, Vol. 29, NO. 6, pp. 689-690.
8. J. A. Marks; Synthesis and applications of cellulose derivatives for drug delivery. Doctoral Thesis, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg Virginia USA, 2015.
9. K. Missoum; Modification chimique de surface de nanofibrilles de cellulose (NFC). Thèse de Docteur. Université de Grenoble. Grenoble, France, 2012.
10. J. Meng; A thermal/thermo-mechanical and imaging study of component distribution and interaction in pharmaceutical film coats. Doctoral Thesis. University of East Anglia. Norwich England, 2012.

11. P. K. Khare, S. K. Jain, S. K. Paliwal; Ageing effect on ethyl cellulose films. Polymer International, 1997, Vol. 42, pp. 138-142.
12. E. Nivrtirao, B. Sannakki; The dielectric properties of ethyl cellulose composites. Journal of Electronic and Electrical Engineering, 2010, Vol. 1, No. 1, pp. 01-02.
13. D. Yang, X. Peng, L. Zhong, X. Cao, W. Chen, X. Zhang, S. Liu, R. Sun.; Green films from renewable resources: Properties of epoxidized soybean oil plasticized ethyl cellulose films. Carbohydrate Polymers, 2014, Vol. 103, pp. 198-206.
14. J.L. Arias, M. López-Viota, M.A. Ruiz, J. López-Viota, A. V.Delgado; Development of carbonyl iron/ethylcellulose core/shell nanoparticles for biomedical applications. International Journal of Pharmaceutics, 2007, Vol. 339, pp. 237-245.