

## ESTRATEGIAS Y MÉTODOS PARA OBTENER IMÁGENES DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM) DE SISTEMAS POLIMÉRICOS

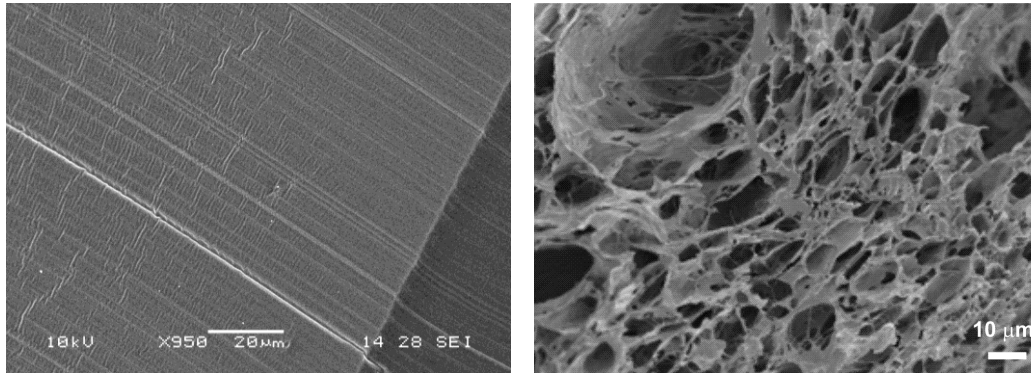
Vanesa Muñoz, Ma. Paula Guarás, Romina Ollier, Jimena Gonzalez y Vera Alvarez

Grupo de Materiales Compuestos de Matriz Polimérica (CoMP)  
Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales (INTEMA)  
CONICET-Facultad de Ingeniería/Universidad Nacional de Mar del Plata  
Solís 7575 (7600) Mar del Plata, Argentina  
[vanesam@fi.mdp.edu.ar](mailto:vanesam@fi.mdp.edu.ar)

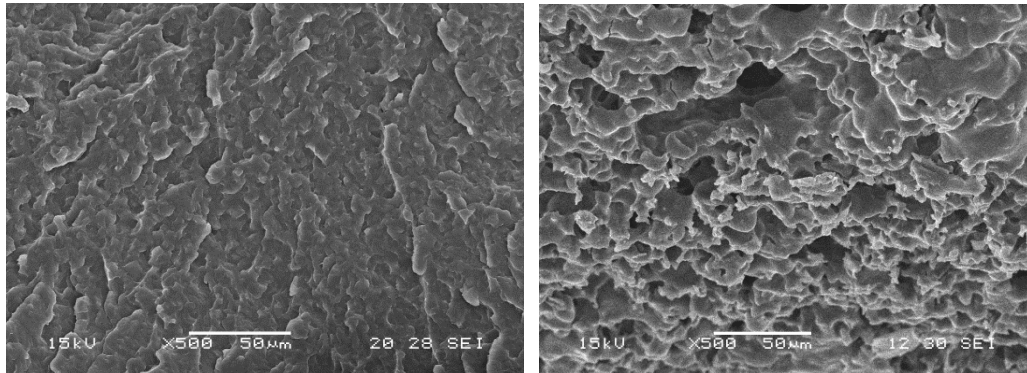
Se sabe que los polímeros son materiales blandos, viscoelásticos y que poseen propiedades mecánicas que dependen de la cadena polimérica, del tipo de procesamiento utilizado para obtener el material final, del entrecruzamiento o no del mismo, del agregado de modificadores, y muchas otras variables más. Sin embargo, todos los polímeros sufren deformaciones mecánicas con el calor y el corte, por lo que los hace materiales difíciles de procesar para obtener micrografías de su estructura. En este trabajo se desarrollan y describen tres estrategias utilizadas para la observación de tres materiales poliméricos distintos con características particulares. Los materiales que se utilizaron fueron hidrogeles de polivinilalcohol (PVA), almidón termoplástico (TPS) con policaprolactona (PCL) y microcápsulas de poli(melamina-formaldehído)/epoxi. Los hidrogeles se prepararon utilizando soluciones de PVA al 15% en agua destilada a 85 °C durante 4 horas bajo agitación constante hasta disolver completamente el polímero. Una vez que las soluciones se encontraban a temperatura ambiente, se colocaron en moldes antiadherentes, y se llevaron a un freezer (-18 °C) durante 1 hora, luego se dejaron a temperatura ambiente (25 °C) por 1 hora; este ciclo de congelamiento/descongelamiento se realizó 4 veces, obteniéndose así los criogeles [1]. El método que se siguió para la preparación de la muestra para microscopía es: primeramente los geles fueron hinchados en agua durante 24 horas y liofilizados, con extremo cuidado para evitar el colapso de la red porosa. Por último fueron criofracturados utilizando N<sub>2</sub> líquido y recubiertos con Au/Pd para la obtención de las imágenes SEM en un equipo JEOL JSM-6460 LV. En la figura 1 se puede observar el material sin el tratamiento y el tratado, es notorio que el tratamiento deja en evidencia la naturaleza porosa del material hecho que es clave para hacer una correcta caracterización de los hidrogeles. Con respecto a la muestra de almidón termoplástico, estas se obtuvieron mezclando a 120 °C y 60 rpm durante 6 minutos almidón, plastificante (anhídrido maleico) y ácido esteárico (0,5% en peso). Luego se agregó un compatibilizante (PCL-GAM) para evitar la separación de las fases (almidón y PCL) y por último PCL en un mezclador a 110 °C y 60 rpm durante 6 minutos [2]. Se obtuvieron films mediante moldeo por compresión y finalmente se enfrió el molde con agua. El tratamiento para observar los films en SEM se describe a continuación: primero fueron sumergidos en aire líquido y cortados y luego sumergidos en HCl (1M) y secados a 30 °C en estufa, con el objeto de disolver el almidón termoplástico y dejar al descubierto las cavidades para poder diferenciar una fase de otra. Las imágenes de SEM fueron tomadas en el mismo equipo. En la figura 2 se pueden observar las diferencias encontradas entre un film tratado y uno sin tratar, en donde se evidencia que el tratamiento permitió distinguir las fases y así descubrir la microestructura del material. Por último, se sintetizaron microcápsulas con resina epoxi (diglicidiléter de bisfenol F) en su interior mediante la polimerización in-situ de melamina y formaldehído en una emulsión resina/agua [3]. Se evaluaron diferentes procedimientos para la preparación de las muestras con el fin de lograr una visualización correcta de las mismas en el SEM y estudiar la morfología de las microcápsulas y la estructura de la pared de poli(melamina-formaldehído). Las micrografías se tomaron luego de lavar con agua y dispersar las microcápsulas obtenidas en el vidrio portaobjetos. Las mismas fueron recubiertas con oro y paladio previo a la obtención de las imágenes. Es importante no secar las microcápsulas y resuspenderlas en agua debido a que las mismas se aglomeran y se dañan en el momento de su dispersión en el vidrio. Esto se puede visualizar en la Figura 3a. En contraste, al tomar una gota de la suspensión y dispersarla en el soporte, se conserva la estructura de las microcápsulas y se obtiene una imagen representativa de la muestra, como se observa en la Figura 3b.

## REFERENCIAS

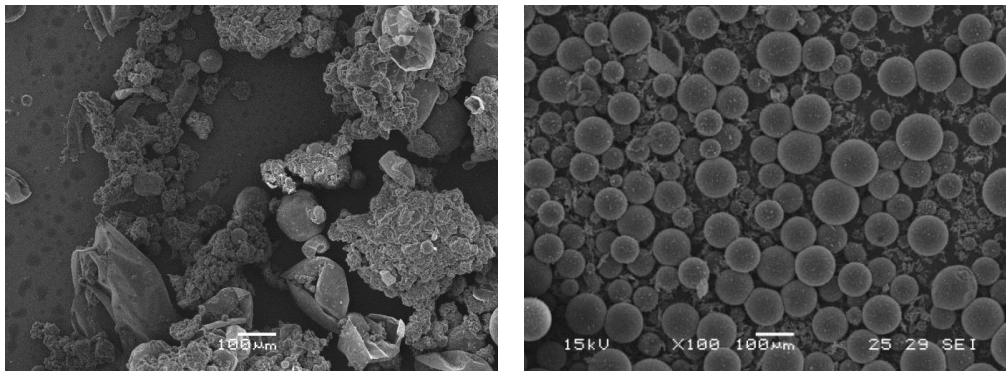
- [1] J.S. Gonzalez and V.A. Alvarez. "Poly(vinylalcohol) hydrogels: Influence of Processing Variables on General Behavior and Drug Release Device Performance". In: *Advances in Materials Science Research*. Volume 10. Chapter 8. ISBN 978-1-61324-511-8. Editor: Maryann C. Wythers, pp. 265-285. Nova Science Publishers, Inc. 2011.)
- [2] M. P. Guarás, V. A. Alvarez, L. N. Ludueña (2015) "Processing and characterization of thermoplastic starch/polycaprolactone/compatibilizer ternary blends for packaging applications". *J Polym Res* 22:165
- [3] R. Ollier, M. Penoff, A. Stocchi, V. Alvarez. "Microencapsulación de resinas epoxi por polimerización in situ de melamina y formaldehído en emulsión." XI Simposio Argentino de Polímeros, Sta. Fe, Argentina, Octubre 2015).



**Figura 1.** Imágenes SEM de los criogeles antes (a) y después (b) del hinchamiento y liofilización.



**Figura 2.** Imágenes SEM de films TPS/ PCL antes (a) y después (b) de la disolución del almidón termoplástico con HCl.



**Figura 3.** Imágenes SEM de las microcápsulas de PMF/Epoxi: a) Secadas y resuspendidas en H<sub>2</sub>O; b) lavadas y dispersadas desde la suspensión.