CONSEJO NACIONAL DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA

REPORTE DE EVALUACIÓN DE INFORME TECNICO

Fondo:	I0017- Fondo SEP - CONACYT
Solicitud:	000000000151489- Desarrollo de nuevos materiale
Etapa:	001
Titulo:	Desarrollo de nuevos materiales hibridos polimericos producidos mediante la combinación de la fotopolimerizacion Tiol-Ene con el sistema Epoxi-amina
Usuario:	X_racosta15229
Nombre:	acosta ortiz ricardo
formato:	INF_FINAL_CB- INFORME FINAL CIENCIA BASICA
Fecha:	11 de diciembre de 2015
Estado del Documento:	En Proceso

Sección:	**IFINAL_CB**
Pregunta:	**Capture aquí el resumen de este informe**
	En este proyecto se desarrollaron nuevos sistema epoxicos fotocurables utilizando aminas terciarias funcionalizadas con grupos alilo. Una de las principales aportaciones fue la de obtener polímeros epoxicos con propiedades mejoradas en tiempos tan cortos como 15 minutos. La combinación de la fotopolimerizacion anionica de los monómeros epoxicos con la fotopolimerizacion tiol-ene entre el agente de curado y un tiol multifuncional resultó en la formación de copolímeros polieter-politioeter. Debido a la naturaleza flexible de los politioeteres, estos pueden modificar la dureza de los polieteres, haciendo de estos, unos materiales más tenaces, es decir menos frágiles. Se sintetizaron 11 agentes de curado, cuando solo se tenían contemplado sintetizar 4 en el proyecto. Se prepararon dos agentes de curado de tipo amina secundaria, una de tipo alifática y otra de tipo aromática. Para evaluar el desempeño de estas dos aminas secundarias por medio de la espectroscopia de FTIR en tiempo real se determinaron las cinéticas de fotopolimerización anionica de la resina epoxica comercial diglicidileter del bisfenol A (DGEBA). Se encontró que la resina aunque polimerizaba lo hacía a baja conversión obteniéndose solamente un líquido muy viscoso. Después se sintetizaron los análogos de las aminas secundarias pero de tipo amina terciaria. Se encontró que la diamina terciaria alifática funcionalizada con grupos alilo promovía una polimerización rápida de la resina epoxica al ser fotocurada, mientras que se demostró que la amina aromática terciaria aunque promovía igualmente la polimerización de la resina epoxica se lograban más bajas conversiones y tiempos más largos de curado que cuando se usaba la diamina terciaria alifática. Considerando estos resultados se procedió a sintetizar más aminas terciarias funcionalizadas con grupos alilo, pero estas no solo de tipo diamina sino triaminas y tetraminas igualmente funcionalizadas, encontrándose que básicamente la diamina terciaria fue la que siguió mostrando un mejor desempeño. En cuanto a propiedades mecánicas se encontró que al ir introduciendo los politioeteres derivados del sistema tiol-ene en la resina epoxoca se mejoró notablemente la tenacidad de los polímeros epoxicos reduciendo su fragilidad. Al incrementar la concentración molar de los politioteres desde 10 hasta 40 % se encontró que los polímeros obtenidos pasaban de rígidos a flexibles. Los polímeros obtenidos con la tetramina presentaron las mejores propiedades mecánicas y una temperatura de transición vítrea de 103°C. Además se realizó un estudio con compuestos modelo para determinar el mecanismo de reacción. Se encontró que las aminas terciarias preparadas podrían sufrir varios tipos de reacciones simultáneamente, por ejemplo, los dobles enlaces de las aminas terciarias reaccionaban rápidamente con los tioles por medio del mecanismo de fotopolimerizacion tiol-ene, generando de esta manera politioeteres. Simultáneamente, la basicidad de las aminas terciarias podía iniciar la homopolimerización de los grupos epóxido de la resina. Adicionalmente, ocurrió una reacción acido-base entre los grupos amina terciaria y los grupos tiol, para formar grupos tioxido: estos grupos tioxido son a su vez lo suficientemente nucleofilicos para inducir la polimerización anionica por apertura de anillo de los grupos epóxido de la resina. Los estudios con compuestos modelo también demostraron que los politioeteres generados en la fotopolimerizacion tiol-ene son lo suficientemente básicos para inducir la polimerización anionica por apertura de anillo. En conclusión, la alta reactividad de nuestros sistema epoxico fotocurable se debe a que varias especies pueden reaccionar con los grupos epóxido de la resina promoviendo una conversión rápida y

Respuesta:	cuantitativa de los mismos. Entonces en resumen la contribución científica de este proyecto es que se desarrolló un sistema epoxico fotocurable altamente reactivo y con propiedades mejoradas de dureza, el cual puede tener aplicaciones interesantes, como desarrollo de materiales inteligentes con memoria de forma, materiales compuestos con fibra de vidrio, sistemas epoxicos autoreparables, materiales epoxicos nanocompuestos con oxido de grafeno, y materiales epoxicos espumados. Aclaraciones del proyecto La estudiante de licenciatura Guadalupe del Rosario de Luna Quintero, realizó una investigación tendiente a cumplir uno de los objetivos del proyecto que era la de preparar aminas secundarias en lugar de terciarias y realizó su evaluación como agentes de curado para las resinas epoxicas fotocurables. Sin embargo esta estudiante no fue apoyada por el proyecto 151489 sino por un proyecto financiado internamente debido a que la investigación se llevó a cabo en el intervalo en el cual se aprobó el proyecto en la convocatoria del 2010 hasta que se otorgaron los fondos del proyecto en 2012. No se reportó de esta estudiante ya que después de finalizar su tesis no se presentó sino hasta el año 2013 a realizar su examen de tesis. El estudiante José Rodríguez Meléndez para el cual se solicitó beca de licenciatura, abandonó su investigación de tesis de licenciatura por problemas personales, por lo que se suspendió su beca y se mandó el aviso correspondiente a CONACYT. El estudiante de doctorado se dio de baja por bajo interés en el proyecto reportando esto a CONACYT y al programa de posgrado en CIQA. Otra aclaración es con respecto al presupuesto de becas del año 2014. Se tenía 89000 pesos en este rubro, pero a pesar de hacer promoción en las escuelas de Ciencias Químicas de la UAdeC e Instituto tecnológico de Saltillo, no se presentaron estudiantes. Este presupuesto representaba un problema para pedir la siguiente ministración del proyecto, por lo que se envió un oficio al Dr Luis Humberto Fabila Castillo solicitando que se autorizara el cambio de rubro de los 89000, la mitad para comprar reactivos y materiales de laboratorio y la otra mitad para asistir a congresos, El Dr Fabila autorizó mediante el oficio DICB/C100/1323/2014 tal cambio de rubro, lográndose fortalecer de esta manera la infraestructura del proyecto. Esto tenía que hacerse de esa manera ya que de otra forma a falta de estudiantes de licenciatura se tenía que gastar este dinero para pedir la ministración del año siguiente que fue 2015. De estos 89000 pesos solo se reclasificaron 80000 pesos: el 50 % a comprar material de laboratorio y el otro 50 % para asistencia a congresos. Por consiguiente, esta reclasificación resultó en un mayor gasto en los rubros de pago de cuotas de inscripción, viáticos y pasajes, así como en el rubro de materiales de uso directo, lo cual se ve reflejado en el reporte financiero final del proyecto. Así mismo el presupuesto también se vio modificado en el rubro de estancias técnicas académicas a participantes, ya que aunque el Prof. Marco Sangermano, el cual fue participante extranjero del proyecto, hizo una estancia corta en septiembre de 2014. De los 95000 pesos que se tenían de presupuesto en de este rubro solo se gastaron 21305.72 pesos. Se tenían programadas una segunda estancia del Prof. Sangermano en Saltillo en 2015, así como una estancia de un estudiante de maestría también en el 2015, en Politecnico de Torino. Sin embargo, el Dr Sangermano no pudo realizar esta estancia por sus compromisos académicos y no se tuvo estudiantes de maestría que seleccionaran el proyecto en diciembre del 2014. Por tal motivo, de la misma manera, el presupuesto restante de este rubro se fue gastando en otros rubros como asistencia a congresos y feria de equipos 3D, así como a materiales de uso directo. Además, también se solicitó una prórroga de tres meses para finalizar el proyecto, autorizándose la prorroga hasta el 17 de diciembre de 2015 mediante el oficio DICB/C100/0336/2015 del Dr Fabila.
observaciones:	
Pregunta:	**Cuantitativamente, señale cuáles fueron los productos generados (Libros, Capítulos de Libro, Artículos, Tesis, etc.).**
	Artículos publicados 1 .Ricardo Acosta Ortiz, Antelmo Yasser Ruiz Martínez, Aida E. García Valdez, Preparation of Biobased Polymers Derived from Isosorbide by Means of Thiol-Ene Photopolymerization; Journal of biomaterials and bioenergy, (2012), 6, 36-41 2. Ricardo Acosta Ortiz, Ena Adeligna Obregón Blandón, Ramiro Guerrero Santos, Synthesis of Novel Hexathiolated Squalene and its Thiol-ene photopolymerization with unsaturated monomers; Green and sustainable Chemistry, (2012), 2 (2), 62-70 3. Ricardo Acosta Ortiz, Aída Esmeralda Garcia Valdez, Ana Gabriela Navarro Tovar, Adrián Alejandro Hilario de la Cruz, Luis Fernando González Sánchez, Justo Horacio Trejo Garcia, Jorge Félix Espinoza Muñoz, Marco Sangermano; The development of an epoxy-amine/thiol-ene photocurable system Journal of Polymer Research, 2014, 21, 504 4. Ricardo Acosta Ortiz , Amy G. Savage Gomez, María L. Berlanga Duarte, Aida E Garcia Valdez, The Effect of a dithiol spiroorthocarbonate on mechanical properties and shrinkage of a dental resin, Designed Monomer and Polymers, 2015, 18 (1), 73-78 5. Marco Sangermano, Ignacio Roppolo, Ricardo Acosta Ortiz, Aída Esmeralda García Valdez, Ana Gabriela Navarro, María Lydia Berlanga Duarte; Interpenetrated hybrid thiol-ene/epoxy UV-cured network with enhanced impact resistance. Progress in Organic Coatings, 2015, 78, 244-248 Artículos aceptados 6. Ricardo Acosta Ortiz, Aída Esmeralda García Valdez, Marco Sangermano, Adrián Alejandro Hilario de la Cruz, Rafael Aguirre, Jorge Félix Espinoza Muñoz, Comparison of the performance of two bifunctional curing agents for the photopolymerization of epoxy resins and the study of the mechanical properties of obtained polymers, aceptado en Macromolecular Symposia Artículos enviados 7. Ricardo Acosta Ortiz, Aída Esmeralda Garcia Valdez, Erika Elizabeth García Padilla, Rafael Aguirre, Jorge Félix

Respuesta:	Espinoza Muñoz Development of a photocurable glass-fiber reinforced epoxy-amine/thiol-ene composite, enviado a Journal of Polymer Research. Artículos en extenso 1. Ricardo Acosta Ortiz, Justo Horacio Trejo García, Aida Esmeralda García Valdez, María Lydia Berlanga Duarte, Mejoramiento de las propiedades mecánicas de las resinas epoxicas mediante la introducción in-situ de politioeteres derivados de un sistema tiol-ene, Avances en la investigación en metalurgia y materiales, editado, por CA Tecnología de soldadura y unión de materiales UMSNH-CA-209 y CA Ciencia e Ingeniería de los materiales, UAdeC,, ISBN: 978-607-00- 6215-5 2. Aida Esmeralda García Valdez; Ricardo Acosta Ortiz, María Lydia Berlanga Duarte, Ana Gabriela .Navarro Tovar, Luis Fernando González, Adrián Alejandro Hilario de la Cruz; Desarrollo de un sistema fotocurable de tipo tiol-ene/epoxi-amina y estudio de su reactividad por espectroscopia de FT-IR en tiempo real. 48° Congreso Mexicano de Química y 32° Congreso Nacional de Educación Química. Guanajuato, Gto. 31 de agosto -04 de setiembre 2013. 3. Irving Horacio González Chávez, Aida Esmeralda García Valdez, Ricardo Acosta Ortiz, Maria Lydia Berlanga Duarte; Síntesis de nuevos agentes de curado de resinas epoxicas y la evaluación de su desempeño por FTIR cercano en tiempo real , Congreso de verano 15 de la ciencia ISBN: 978-607-441- 254-3 4. Aida Esmeralda García, Ricardo Acosta Ortiz, María Lydia Berlanga Duarte, Evaluación de reactividad por FTIR NIR en tiempo real, de resinas epoxica BADGE en presencia de un sistema tiol-ene, en El comportamiento de los materiales, casos particulares, editado por faculta de metalurgia dela UAdeC, ISBN: 978-607-506-202-0 5. Aida Esmeralda García, Ricardo Acosta Ortiz, Ana Gabriela Navarro Tovar, María Lydia Berlanga Duarte, Luis Fernando González Sánchez, Adrián Alejandro Hilario de la Cruz, Preparación de nuevos materiales epóxicos mediante adición de politioéteres flexibles unidos covalentemente a la red polimérica., Congreso de la Sociedad Química de México 2014, 6. Ricardo Acosta Ortiz, Aida Esmeralda García Valdéz, Ana Gabriela Navarro Tovar, Adrián Alejandro Hilario de la Cruz, María Lydia Berlanga Duarte Mejoramiento de las propiedades de resistencia al impacto de las resinas epóxicas mediante la introducción in-situ de un sistema tiol-ene, Proceedings SLAP 2014, Porto de Galinhas, Brasil 7. Ricardo Acosta Ortiz, Valdez, Rafael Aguirre Flores, Erika Elizabeth García Padilla, Improvement of toughness of epoxy polymers by photocuirng concurrently with a thiol-ene system, Thermosets 2015, from monomers to components, Proceedings of the 4th International Conference on Thermosets, Berlin, Germany 2015 Patentes 1. Ricardo Acosta Ortiz, Amy Grace Savage Gómez, María Lydia Berlanga Duarte, Aída Esmeralda García Valdez Obtención de un nuevo compuesto de tipo espiro ortocarbonato funcionalizado con grupos tiol y su uso en una formulación de resinas acrílicas dentales con bajo nivel de encogimiento, registro MX/a/2014/015585 Estudiantes de licenciatura graduados 1. Adrián Alejandro Hilario de la Cruz, Estudio de las propiedades mecánicas de los polímeros obtenidos al polimerizar un sistema hibrido epoxi-amina/tiol-ene, Carrera de ingeniería de materiales del Instituto tecnológico de Saltillo, graduado el 13 de febrero del 2014 2. Luis Fernando González Sánchez, Evaluación de la reactividad de un sistema hibrido fotocurable tiol-ene/epoxi-amina mediante espectroscopia infrarroja en tiempo real, Carrera de químico de la facultad de Ciencias Químicas de la UAdeC, graduado el 21 de noviembre del 2013 3. Guadalupe del Rosario de Luna Quintero, Síntesis y caracterización de dos nuevas aminas secundarias con grupos alílicos, carrera de Ingeniero en materiales del Instituto tecnológico de saltillo, graduada el noviembre del 2013 (no apoyada por el proyecto 151489) Estudiantes de licenciatura con tesis en progreso 4. Omar Acosta Berlanga, Desarrollo de materiales epóxicos fotocurables autoreparables con propiedades mecánicas mejoradas, carrera de Químico, Facultad de Ciencias Químicas de la UAdeC, investigación en progreso, a graduarse en agosto 2016 5. Ana Lilia Izabal Carbajal, Preparación de materiales nanocompuestos de resinas epoxicas con grafeno, carrera de Químico, Facultad de Ciencias Químicas dela UAdeC, investigación en progreso, a graduarse en agosto 2016 6. Zirahuen Xokoyotzin Rodríguez Ramos, Preparación de resinas epoxicas espumadas con propiedades mecánicas mejoradas, carrera de Químico, Facultad de Ciencias Químicas dela UAdeC, investigación en progreso, a graduarse en agosto 2016 Estudiantes Graduados de Maestría 1. Ana Gabriela Navarro Tovar, Desarrollo de un sistema fotocurable epoxi-amina/tiol-ene, Programa de maestría del Centro de Investigación en química Aplicada, graduada el 18 de diciembre del 2013 2. Erika Elizabeth García Padilla, Desarrollo de recubrimientos fotocurables con propiedades antimicrobianas, utilizando nanopartículas de plata, cobre y óxido de cobre, a partir de materiales híbridos poliméricos producidos mediante la combinación de la fotopolimerización tiol-ene con el sistema epoxi-amina, Programa de maestría del Centro de Investigación en química Aplicada, graduada el 18 de diciembre del 2014 Estudiantes de Doctorado 1. Se tuvo al estudiante Luis Alberto Reyna Medina al cual se dio de baja por su bajo rendimiento y falta de interés en el proyecto: se envió oficio a CONACYT notificando la baja Presentaciones en Congreso 1. Development of thiol-ene/epoxy-amine photocurable systems, Congreso Polymer Networks Group, Jackson Hole, WY, USA, agosto 12-16, 2012 Ponente Poster: Ricardo Acosta Ortiz 2. Mejoramiento de las propiedades mecánicas de las resinas epoxicas mediante la introducción in-situ de un sistema tiol-ene 6to congreso internacional de metalurgia y materiales, Monclova, Coahuila, octubre 10-12, 2012 Ponencia oral: Ricardo Acosta Ortiz 3. Preparación de biopolímeros a partir de sacarosa usando la técnica de fotopolimerizacion tiol-ene 6to congreso internacional de metalurgia y materiales, Monclova, Coahuila, octubre 10-12, 2012 Ponencia oral: Aida Esmeralda García Valdez 4. Improvement of toughness of polymers derived from an epoxy-amine/thiol-ene photocurable systen Congreso Photopolymerization

	fundamentals, Jackson Hole WI, USA, septiembre de 22-25, 2013. Ponencia oral: Ricardo Acosta Ortiz 5. Desarrollo de un nuevo sistema fotocurable de tipo tiol-ene/epoxi-amina y estudio de su reactividad por medio de espectroscopia de FTIR en tiempo real 48 Congreso mexicano de Química, Guanajuato, Gto, 31 agosto al 4 de septiembre 2013 Ponencia oral: Aida Esmeralda García Valdez 6. Evaluación de reactividad por FTIR (NIR) en tiempo real de la resina epoxica BADGE en presencia del sistema tiol-ene VII Congreso Internacional de metalurgia y materiales, Monclova, Coahuila, abril 3-4, 2014 Ponencia oral: Aida Esmeralda García Valdez 7. Synthesis of a novel dithiol spiroorthocarbonate and its effect on shrinkage and mechanical properties of dental resins, Biomaterials for medical applications Symposium at the XXIII International Materials Research Congress, Cancun, del 17 al 21 de agosto de 2014 Ponencia oral: Ricardo Acosta Ortiz} 8. Preparación de nuevos materiales epoxicos mediante la adición de politioeteres unidos covalentemente a la red polimerica 49 Congreso mexicano de Química, Mérida, Yucatán, septiembre 17-21, 2014 Ponencia oral: Aida Esmeralda García Valdez 9. Mejoramiento de las propiedades de resistencia al impacto de las resinas epóxicas mediante la introducción in-situ de un sistema tiol-ene Congreso SLAP 2014, Porto de Galinhas, Brasil, octubre del 12-16 de 2014 Ponencia oral: Ricardo Acosta Ortiz 10. Preparation and study of bifunctional curing agents for epoxy resins Congreso Polymer Networks Groups 2014, Tokio, Japon, noviembre 12-14, 2014 Ponencia oral: Ricardo Acosta Ortiz 11. Development of low shrinkage polymers by using expanding monomers Congreso Macromex 2014, 3rd US-Mexico Symposium on Advances in Polymer Science, Nuevo Vallarta diciembre 3-6, 2014 Ponencia oral: Ricardo Acosta Ortiz 12. Improvement of toughness of epoxy polymers by photocuring concurrently with a thiol-ene system Thermosets: from monomers to components, Berlin, Alemania, septiembre 16-18 2015 Ponencia oral: Ricardo Acosta Ortiz 13. Evaluacion termica de nuevas formulaciones epoxicas Congreso Internacional de Investigacion Academia Journals en tecnologías estratégicas, Colima 2015, Colima, Colima, octubre 5-7, 2015 Ponencia oral: Aida Esmeralda García Valdez 14. Reactivity of an epoxy-amine/thiol-ene system and its application to obtain glass-fiber reinforced epoxy composites Congreso POLYMAT 2015, Huatulco, Oaxaca, octubre 18-22 2015 Ponencia oral: Ricardo Acosta Ortiz 15. Epoxy group reactivity evaluation using FT-IR spectroscopy in real-time in the presence of hardening amine/tiol-ene systems Congreso POLYMAT 2015, Huatulco, Oaxaca, octubre 18-22 2015 Ponencia oral: Aida Esmeralda García Valdez
observaciones:	
Pregunta:	**Indique si se dio cumplimiento a los objetivos, metas y/o productos comprometidos (Fundamente/Justifique)**
	Objetivos logrados en el proyecto: Objetivo de la primera etapa: Síntesis de las aminas alilicas En la primera etapa del proyecto se planteó la síntesis de 4 agentes de curado, 2 aminas secundarias una alifática y una aromática, funcionalizadas con grupos alilo. También se programó las preparación de 2 aminas terciarias alilicas, una aromáticas y una alifática. Además se especificó que se usarían materias primas naturales para preparar comonomeros ya fuera funcionalizados con grupos tiol o con grupos doble enlace. Resultados obtenidos: Un estudiante de licenciatura sintetizó dos aminas terciarias alilicas, una aromática denominada ARA4 y otro alifática denominada ALA4. Otro estudiante de licenciatura preparó las aminas secundarias tanto la alifática (ALA2) como la aromática (ARA2), sin embargo se encontró que las aminas secundarias funcionalizadas con solo un grupo alilo no promovieron la fotopolimerización de la resina epoxica. Se esperaba que las aminas secunarias promovieran un entrecruzamiento menor al obtenido por las aminas terciarias, sin embargo como ya se mencionó no se logró el curado de la resina epoxica. La estudiante de licenciatura solo reportó la síntesis de las aminas y resultados preliminares negativos de curado. Por otra parte la estudiante de maestría, preparó dos aminas terciarias alifáticas adicionales y tres aminas aromáticas más. Esta estudiante de maestría además llevó a cabo un estudio con compuestos modelo para determinar el mecanismo de reacción, encontrándose que las aminas terciarias promueven la homopolimerización de la resina epoxica pero al mismo tiempo pueden reaccionar con los grupos tiol para producir especies cargadas negativamente las cuales pueden iniciar también la polimerización anionica de la resina epoxica. Los grupos doble enlace de las aminas preparadas reaccionaron rápidamente con los grupos tiol por medio del mecanismo tiol-ene formando politioeteres. Estos politioteres son a su vez suficientemente básicos para inducir igualmente la polimerización anionica de la resina epoxica. Entonces la alta reactividad de nuestro sistema epoxi-amina/tiol-ene se debe a que tanto los reactantes como son la amina terciaria y los tioles multifuncionales, como los productos como son los politioeteres, promueven la polimerización de la resina epoxica. En esta misma etapa se sintetizaron monómeros derivados de productos naturales renovables como el isosorbide y escualeno. La otra estudiante de maestría sintetizó dos aminas alifaticas mas y las evaluó para obtener recubrimeintos epoxicos fotocurables con propiedades antibacterianas Objetivos de la segunda etapa: fotopolimerizar las for,ulciones obtenidas con los agentes de curado preparados Determinar la reactividad de los sistema hibridos epoxi-amina/tiol-ene mediante la espectroscopia de FTIR en tiempo real, usando las aminas sintetizadas y diferentes tipos de resinas epoxicas. Y dterminar el mecanismo de reacción Resultados de la segunda etapa: Se evaluó la reactividad de los sistemas híbridos utilizando las aminas terciarias preparadas utilizando la espectroscopía de FTIR en tiempo real. Una vez purificadas las aminas terciarias

Respuesta:

por cromatografía en columna y caracterizadas por espectroscopias de FTIR y RMN de proton y carbono trece, se procedió a evaluar su reactividad por espectroscopia de FTIR en tiempo real, encontrándose que la resina epoxica BADGE curaba cuantitativamente en menos de diez minutos a 85°C y 40 mW/cm2 cuando se usaba la amina ALA4 mientras que con la amina ARA4 se encontró que la misma resina epoxica curaba a menos del 20 % a las mismas condiciones de curado. También se determinó que la amina con cinco grupos alilo (ALA5) era menos reactiva que ALA4, y a su vez ALA6 era menos reactiva que ALA5: las tres nuevas aminas terciarias aromáticas funcionalizadas con grupos alilo, al igual que ARA4 no promovieron la polimerización de la resina epoxica. Se encontró que en un mismo sistema hibrido al aumentar la concentración molar del sistema tiol-ene desde un 10% molar hasta un 40 % molar, se lograba una conversión cuantitativa de los grupos epóxido de la resina epoxica. Además se usaron tres diferentes tipos de resinas epoxicas, la resina BADGE, la resina 3,4-epoxiciclohexilmetil 3,4-epoxiciclohexanecarboxilato y una resina epoxica derivada del isosorbide, el cual es compuesto derivado de la glucosa. Se encontró que la resina BADGE presentó la más alta reactividad, curando en menos de 10 minutos a 85 °C y 40 mW/cm2 de intensidad de luz UV. A estas mismas condiciones la resina 3,4-EP no curó probablemnte debido a la hidrolisis de los grupos ester presentes en esta resina. La resina derivada del isosorbide presentó una alta reactividad cuando se usó en conjunto con el ditiotreitol, el cual es un ditiol derivado de productos naturales. Se realizó un estudio con compuestos modelo con el fin de determinar el mecanismo de reacción de nuestro sistema epoxico fotocurable irradiando a las mismas condiciones de 40 mW/cm1 y 85 °C. Se sintetizó también un tritioeter derivado del trimetilolpropantrimercaptopropionato con el fin de evaluar si lo spolitioeteres podrina también actuar como agntes de iniciación de la polimerización anionica de la resina epoxica. Objetivo de la tercera etapa: determinación de las propiedades mecanicas Descripción de la etapa: En esta etapa se realizara el estudio de las propiedades físicas mecánicas y ópticas de los polímeros obtenidos. Se buscará además adaptar los polímeros obtenidos a una aplicación específica considerando las propiedades de resistencia al impacto esperada de estos materiales Descripción de la meta: La meta de esta etapa será la caracterización de las propiedades térmicas ópticas y mecánicas de los polímeros obtenidos Resultados obtenidos Al polimerizar en masa los sistemas fotocurables se encontró que cuando se usaron las aminas terciarias alifáticas funcionalizadas con grupos doble enlace, los polímeros obtenidos eran homogéneos y trasparentes con un color entre naranja y amarillo y con excelentes propiedades mecánicas, ya que se eliminó la fragilidad característica de los polímeros derivados de las resinas epoxicas. Se evaluaron por duplicado las propiedades viscoelasticas de los polímeros derivados de cada una de las formulaciones estudiadas por medio de analisis dinámico mecánico (DMA), Mediante esta técnica se determinaron tanto el modulo elástico como la temperatura de transición vítrea, así como la densidad de entrecruzamiento. También se analizó la estabilidad térmica de todos los polímeros obtenidos por medio de análisis termogravimetrico (TGA). Las propiedades mecánicas de resistencia a la flexión y de resistencia al impacto se determinaron por quintuplicado para cada una de las formulaciones usando los agentes de curado ALA4, ALA5, ALA6 y TRIS, Cada agente de curado se valuó a 10, 20, 30 y 40 % molar del sistema tiol-ene usando la resina DGEBA como monómero base. Encontrándose que al incrementar el porcentaje molar del sistema tiol.ene las propiedades de tenacidad mejoraban hasta un máximo de 20 % molar de tiol-ene. Sin embargo al aumentar la concentración de tiol-ene a 30 y 40 % de dependiendo del agente de curado se obtenían polímeros con altos niveles de flexibilidad, por ejemplo con el agente de curado ALA6 que es una tetramina lineal. Se encontró que los polímeros que mostraron las mejores propiedades mecánicas fueron aquellos en los que se usó la tetramina ramificada denominada TRIS. Aplicaciones del sistema epoxi-amina/tiol-ene Ademas de cumplir al 100 % con los objetivos planteados en el proyecto se trabajó en áreas laterales al proyecto. Estas áreas fueron las siguientes: a) Desarrollo de nuevos monómeros a partir de productos naturales renovables tales como el isosorbide, el escualeno, la sacarosa y la glicerina, obteniendo nuevos monómeros tanto con grupos tiol como con grupos dobles enlaces, los cuales se evaluaron en la fotopolimerización tiol-ene. b) Desarrollo de nuevos monómeros antiencogimiento con grupos tiol, para resinas acrílicas dentales c) Desarrollo de recubrimientos epoxicos fotocurables con propiedades antibacterianas d) Desarrollo de polimeros epoxicos epoxi-amina/tiol-ene con memoria de forma e) Desarrollo de compositos epoxicos fotocurables reforzados con fibra de vidrio f) Desarrollo de compositos fotocurables a partir de resinas epoxicas cargadas con oxido de grafeno reducido, nanometrico g) Desarrollo de resinas epoxicas espumadas fotocurables h) Desarrollo de sistemas epoxicos fotocurables autoreparables Cada una de estas aplicaciones puede dar lugar a una nueva línea de investigación, ya que se obtuvieron resultados excelentes en prácticamente todas ellas con la excepción de los recubrimientos fotocurables con propiedades antimicrobianas ya que los recubrimientos obtenidos presentaron cierta toxicidad. Por ejemplo, la alta reactividad de nuestro sistema epoxi-amina/tiol-ene, permitió obtener materiales reforzados con fibra de vidrio en apenas 15 minutos de irradiación a 85°C y 40 mW/cm2 de intensidad de luz UV, mientras que los métodos tradicionales requieren de tiempos largos de curado a temperaturas tan altas como 150 a 200 °C. Además fue posible introducir hasta un 65 % de fibra de vidrio en el composito epoxico logrando módulos de hasta 25000 MPa. Otro ejemplo, es que los polímeros obtenidos presentaron buenas propiedades de memoria debido a la combinación de

	los polieteres rígidos derivados de la polimerización de la resina epoxica, con los politioeteres flexibles derivados de la fotpolimerizacion tiol-ene. Esto da lugar a polímeros que al ser calentados arriba de su punto de reblandecimiento (o temperatura de transición vítrea Tg) y deformados a esta temperatura y congelar esta forma, enfriando rápidamente a temperatura ambiente, al ser calentados nuevamente, la pieza deformada recobra su forma original en un intervalo de segundos. También se modificó químicamente el tiol multifucnional que se usa en estos sistemas epoxi-amina/tiol-ene, con el fin de obtener un polímero epoxico autoreparable. Los polímeros epoxicos obtenidos pueden ser cortados en dos partes y después de unir estas dos partes y calentar a 85 °C por 30 minutos se obtiene nuevamente una sola pieza con propiedades similares a las del polímero antes de ser cortado, Esta aplicación de autoreparación puede dar lugar a un nuevo e interesante proyecto de investigación. Además se encontró que es posible obtener nanocompositos epoxicos fotocurables introduciendo oxido de grafeno a la formulación. Debido a que los grupos tiol, pueden actuar como agentes reductores se encontró que al llevarse a cabo la fotopolimerización el óxido de grafeno se puede reducir in situ, para obtener nanocompuestos epoxicos fotocurables de óxido de grafeno reducido, los cuales pueden tener propiedades de conducción eléctrica. También se prepararon nuevos compuesto de tipo ortoespirocarbonato funcionalizados con grupos tiol, con el objetivo de que estos compuestos pudieran reducir el encogimiento en nuestros polímeros epoxicos, sin embargo dada la disponibilidad de un estudiante de doctorado se decidió evaluar primero estos compuestos en resinas acrílicas dentales. Derivados de esta investigación se logró una publicación y una patente. Una aplicación más de nuestro sistema epoxi-amina/tiol-ene fue la obtención de materiales epoxicos espumados. Se evaluaron dos diferentes tipos de agentes de espumado como la azodicarbonamida y la bencensulfonil hidrazida. Dado que la descomposición de estos agentes químicos de espumado ocurre a temperaturas más altas (150-160 °C) que la temperatura de fotocurado de las resinas epoxicas (85 °C), se agregaron agentes activantes para reducir la temperatura de descomponían de los agentes espumantes. Finalmente solo se obtuvieron polímeros espumados con la bencensulfonil hidrazida, esto debido a que la exotermicidad de la reacción de fotopolimerizacion tiol-ene ayuda a lograr la descomposición de este agente químico. Estos polímeros epoxocos espumados pudieran tener aplicación como relleno en partes automotrices y para aplicaciones de empaque y embalaje.
observaciones:	
Pregunta:	**Con base en los productos generados, señale los alcances en: a) Generación del conocimiento, b) Formación de recursos humanos especializados y c) Creación y/o fortalecimiento de grupos de investigación**
Respuesta:	En este proyecto se desarrollaron nuevos sistema epoxicos fotocurables utilizando aminas terciarias funcionalizadas con grupos alilo. Una de las principales aportaciones fue la de obtener polímeros epoxicos con propiedades mejoradas en tiempos tan cortos como 15 minutos. La combinación de la fotopolimerizacion anionica de los monómeros epoxicos con la fotopolimerizacion tiol-ene, entre el agente de curado y un tiol multifuncional, resultó en la formación de copolímeros polieter-politioeter. Debido a la naturaleza flexible de los politioeteres, estos pueden modificar la dureza de los polieteres, haciendo de estos, unos materiales más tenaces, es decir menos frágiles. Se sintetizaron 11 agentes de curado, cuando solo se tenían contemplado sintetizar 4 en el proyecto. Se prepararon dos agentes de curado de tipo amina secundaria, una de tipo alifática y otra de tipo aromática. Para evaluar el desempeño de estas dos aminas secundarias por medio de la espectroscopia de FTIR en tiempo real se determinaron las cinéticas de fotopolimerización anionica de las resina epoxica comercial diglicidileter del bisfenol A. Se encontró que la resina aunque polimerizaba lo hacía a baja conversión obteniéndose solamente un líquido muy viscoso. Después se sintetizaron los análogos de las aminas secundarias pero de tipo amina terciaria. Se encontró que la diamina terciaria alifática funcionalizada con grupos alilo promovía una polimerización rápida de la resina epoxica al ser fotocurada, mientras que se demostró que la amina aromática terciaria aunque promovía igualmente la polimerización de la resina epoxica se lograban más bajas conversiones y tiempos más largos de curado que cuando se usaba la diamina terciaria alifática. Considerando estos resultados se procedió a sintetizar más aminas terciarias funcionalizadas con grupos alilo, pero estas no solo de tipo diamina sino triaminas y tetraminas igualmente funcionalizadas, encontrándose que básicamente la diamina terciaria fue la que siguió mostrando un mejor desempeño. En cuanto a propiedades mecánicas se encontró que al ir introduciendo los politioeteres derivados del sistema tiol-ene en la resina epoxoca se mejoró notablemente la tenacidad de los polímeros epoxicos reduciendo su fragilidad. Al incrementar la concentración molar de los politioteres desde 10 hasta 40 % se encontró que los polímeros obtenidos pasaban de rígidos a flexibles. Los polímeros obtenidos con la tetramina presentaron las mejores propiedades mecánicas y una temperatura de transición vítrea de 103°C. Además se realizó un estudio con compuestos modelo para determinar el mecanismo de reacción. Se encontró que las aminas terciarias preparadas podrían sufrir varios tipos de reacciones simultáneamente, por ejemplo, los dobles enlaces de las aminas terciarias reaccionaban rápidamente con los tioles por medio del mecanismo de fotopolimerizacion tiol-ene, generando de esta manera politioeteres. Simultáneamente, la basicidad de las aminas terciarias podía iniciar la homopolimerización de los grupos epóxido de la resina. Adicionalmente, ocurrió una reacción acido-base entre los grupos amina terciaria,

	para formar grupos tioxido: estos grupos tioxido son a su vez lo suficientemente nucleofilicos para inducir la polimerización anionica por apertura de anillo de los grupos epóxido de la resina. Los estudios con compuestos modelo también demostraron que los politioeteres generados en la fotopolimerizacion tiol-ene son lo suficientemente básicos para inducir la polimerización anionica por apertura de anillo. En conclusión, la alta reactividad de nuestros sistema epoxico fotocurable se debe a que varias especies pueden reaccionar con los grupos epóxido de la resina promoviendo una conversión rápida y cuantitativa de los mismos. Entonces en resumen la contribución científica de este proyecto es que se desarrolló un sistema epoxico fotocurable altamente reactivo y con propiedades mejoradas de dureza, el cual puede tener aplicaciones interesantes, como desarrollo de materiales inteligentes con memoria de forma, materiales compuestos con fibra de vidrio, sistemas epoxicos autoreparables, materiales epoxicos nanocompuestos con oxido de grafeno, y materiales epoxicos espumados. En cuanto a formación de recursos humanos, se graduaron tres estudiantes de llicenciatura, tres estudiantes mas de licenciatura estan en progreso para graduarse y dos estudiantes de maestria del programa de maestría del centro de investigacion en quimica aplicada, tambien lograron su examen de grado. En este proyecto se colaboró estrechamente en el desarrollo de la investigación con el Dr Marco Sangermano del Politecnico di Torino, en Turín Italia. Su participación consistió en recibir a la estudiante de maestría del programa del CIQA, Ana Gabriela Navarro Tovar, en su laboratorio del Politécnico di Torino de mayo a julio del 2013 y supervisar la investigación relacionada con el proyecto CONACYT tendiente a obtener resinas epoxicas fotocurables. Derivadas de esta investigación se obtuvieron dos publicaciones, una en la revista Progress in organic coatings, 2015, 78, 244-248 con el Professor Sangermano y Ricardo Acosta como autores de correspondencia y otra en la revista Macromolecular Sympposia con Ricardo Acosta como autor principal y Sangermano como coautor. Además el Professor Sangermano visitó las instalaciones del CIQA en septiembre del 2013 como parte de la colaboración, discutiéndose los avances y pasos a dar como continuación de la investigación. Aunque se tenía programada una visita al Politécnico de Torino por parte del responsable del proyecto Ricardo Acosta, se decidió en su lugar acudir a una feria y congreso de investigación relacionada con impresión 3D, por considerar que nuestro sistema fotocurable podía tener futuro en este importante área de la impresión 3D. Sin embargo, se ha tenido comunicación constante con el Professor Sangermano para logar los objetivos de investigación del proyecto. Esta colaboracion fortaleció al grupos de fotopolimerizaciones y redundó en la obtención de los objetivos prouestos de este proyecto
observaciones:	
Pregunta:	**En términos de impacto, destaque las principales contribuciones de su investigación**
Respuesta:	En primer lugar podríamos mencionar que el impacto mas fuerte del proyecto es en lo que respecta a la formación de recursos humanos ya que se tienen graduados 2 estudiantes de licenciatura y dos de maestria, y se graduarán tres estudiantes mas de licenciatura. En segundo lugar se obtuvieron materiales epoxicos altamente reactivos y con excelentes propiedades que en un momento dado podrían interesar a las industrias de recubrimientos, adhesivos o en la industria aeroespacial. Ademas los resultados derivados de este proyecto, nos dieron pauta para explorar otras áreas de investigación como materiales epoxicos fotocurables reforzados con fibra de vidrio, materiales compuestos nanoestructurados derivados de grafeno, materiales epoxicos espumados, materiales epoxicos autoreparables, materiales epoxicos con memoria de forma y recubrimientos epoxicos con propiedades antibacterianas
observaciones:	
Pregunta:	**Cuáles argumentos plantearía como sustantivos para integrar su investigación dentro de los CASOS DE ÉXITO.**
Respuesta:	Yo considero que este proyecto podría ser catalogado como caso de éxito debido a que la hipótesis y objetivos del proyecto se cumplieron tal y como estaban planteados inicialmente, lográndose obtener un material epoxico que cura rápidamente y con excelentes propiedades mecánicas. Se logró ademas, proponer un mecanismo para explicar satisfactoriamente la alta reactividad del sistema. Se planteó preparar 4 agentes de curados y se prepararon 11. Se cumplieron las metas de productos en cuanto a publicaciones, estudiantes de licenciatura y estudiantes de maestría. presentaciones de ponencias en congresos internacionales y nacionales. Ademas, la investigación se vio reforzada por la colaboración con el experto en materiales compuestos nanoestructurados, el Professor Marco Sangermano, el cual recibió a una de las estudiantes de maestría en su laboratorio.
observaciones:	
Observaciones:	

Documentos Anexos

Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	1
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__112_2_2015Acta_de_examen_Erika_Garcia_Padilla.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	2
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__212_2_2015acta_examen_Ana_Gabriela_Navarro_Tovar.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	4
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__412_2_2015acta_examen_Luis_Fernando_Gonzalez.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	5
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__512_2_2015paper_JPolym_Res_2014.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	6
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__612_2_2015articulo__soc_ditiol_designed_monomers_and_polymer_2014.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	7
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__712_2_2015articulo_green_and_sustainable_chemistry.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	8
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__812_2_2015Progress_in_organic_coatings_2015_78_244-248.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	9

Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__912_2_2015paper_JBMBE_2012_.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	10
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__1012_2_2015aceptacion_articulo_macromolecular_symposia_2015.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	11
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__1112_2_2015submission_of_macromolecular_symposia_2015.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	12
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__1212_3_2015manuscrito_JPOL_fibra_de_vidrio_JU.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	13
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__1312_3_2015proceedings_SLAP_2014.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	14
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__1412_3_2015extenso_Thermosets_2015.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	15
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__1512_3_2015memorias_congreso_SQM_2014.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	16
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__1612_3_2015LibroCongreso_Monclova_2014.pdf
Tipo de	

Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	17
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__1712_3_2015constancia__congreso_SLAP_2014.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	18
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__1812_3_2015constancia_congreso_monclova_2014.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	19
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__1912_3_2015contancia_congreso_monclova_2012.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	20
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__2012_3_2015Constania_de_congreso_Photopolymerization_fundaments.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	21
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__2112_3_2015constancia_participacion_thermosets_Berlin.PDF
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	22
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__2212_3_2015Constancia_congreso_SQM_2013.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	23
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__2312_3_2015constancia_de_participacion_RAO__png_2014.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	24

Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__2412_3_2015constancia_congreso_macromex.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	25
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__2512_3_2015constancia_IMRC_2014.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	26
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__2612_3_2015constancia_Colima_Academia_Journal.PDF
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	27
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__2712_3_2015constancia_polymat_2015_RAO.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	28
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__2812_3_2015extenso_Verano_Ciencia_JU.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	29
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__2912_3_2015POLYMAT_2015_AEGV.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	30
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__3012_3_2015constancia_congreso_SQM_2014.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	31
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__3112_3_2015memorias_congreso_monclova_2012_JU1.pdf
Tipo de	Informe Técnico

Archivo	
Descripción	
Consecutivo	32
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__3212_3_2015registro_de_patente.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	33
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__3312_3_2015acta_de_examen_lupita_2013.PDF
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	34
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__3412_11_2015carta_de_prorroga_conacyt.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	35
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__3512_11_2015carta_conacyt_transferencia.pdf
Tipo de Archivo	Informe Técnico
Descripción	
Consecutivo	36
Archivos Anexos	I0017_000000000151489_001__3612_11_2015resumen_financiero_proyecto_151489.pdf