



Defensa Plan de Tesis Doctoral

**Caracterización fisicoquímica de material nanoestructurado
formado por ensamblaje de polímeros sobre oro.**

Doctoranda: Irene Humanes Pérez

Directora: Teresa Pineda Rodríguez

Universidad de Córdoba

Madrid, 3 de julio de 2018

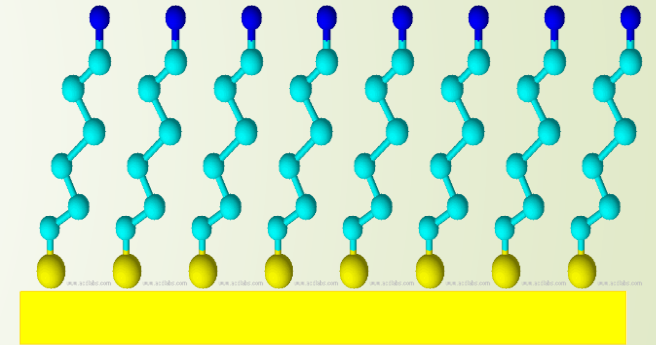
- INTRODUCCIÓN (ESTADO DEL ARTE)
- OBJETIVOS
- METODOLOGÍA Y PLAN DE TRABAJO
- PRIMEROS RESULTADOS

INTRODUCCIÓN (ESTADO DEL ARTE)

- **Funcionalización superficial de sustratos metálicos (Au) utilizando Self-Assembled Monolayers (SAMs) con diferentes grupos terminales**
- **Aplicaciones:**
 - Formación de material nanoestructurado mediante interacciones electrostáticas o derivatización
 - Prevención de la corrosión
 - Protección y funcionalización de materiales
- **Problema:**

Monocapa
- **Posible solución:**

Capas poliméricas



INTRODUCCIÓN (ESTADO DEL ARTE)

➤ Capas Poliméricas

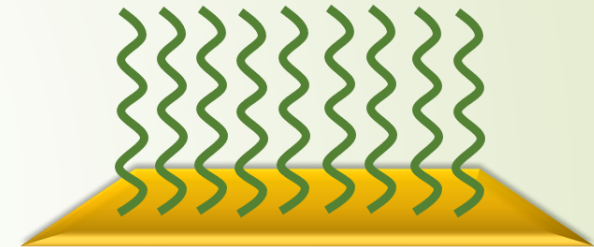
Pancake



Mushroom



Brush



➤ Estrategias de construcción



Grafting to

Grafting from → Bottom-up

Alta densidad
de
empaquetamiento

INTRODUCCIÓN (ESTADO DEL ARTE)

➤ **SI-CRP** (*Surface Initiated Controlled Radical Polymerization*)

➤ Algunos ejemplos

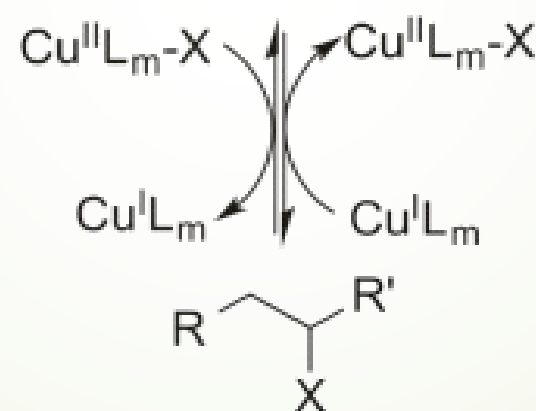
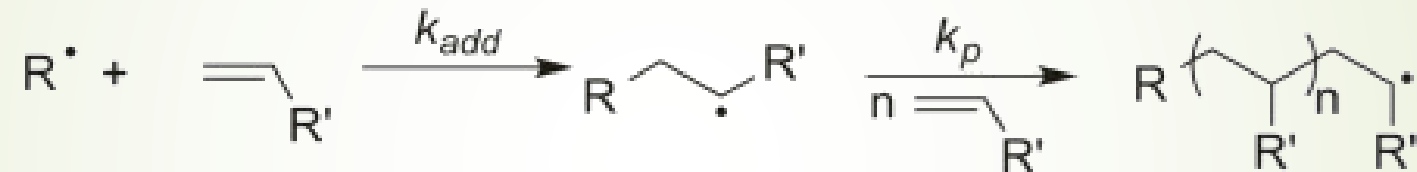
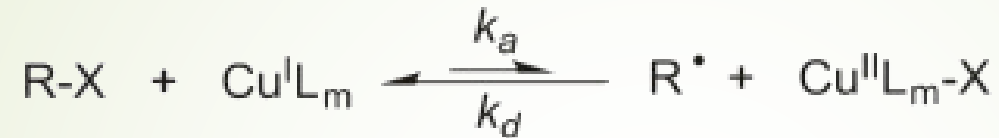
ATRP → Atomic Transfer Radical Polymerization

SFRP → Stable-Free-Radical Polymerization

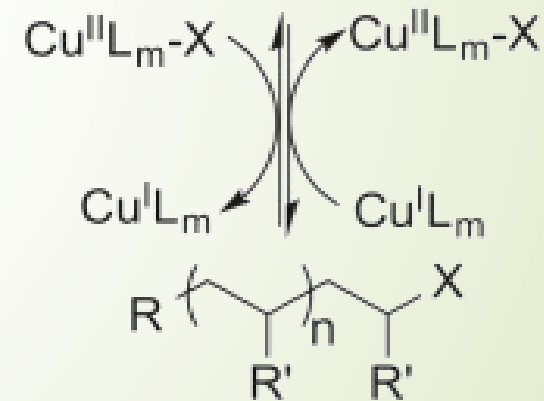
Degenerative Transfer

INTRODUCCIÓN (ESTADO DEL ARTE)

► ATRP (Atomic Transfer Radical Polymerization)



ATRA



ATRP

X=Br⁻ or Cl⁻

L=complexing ligand

INTRODUCCIÓN (ESTADO DEL ARTE)

Electroquímica

eATRP:

electrochemically mediated Atomic Transfer Radical Polymerization

Ideal para polimerizaciones iniciadas en superficie (SI-ATRP)

Ajustando los potenciales y la fracción activador /desactivador: control del espesor

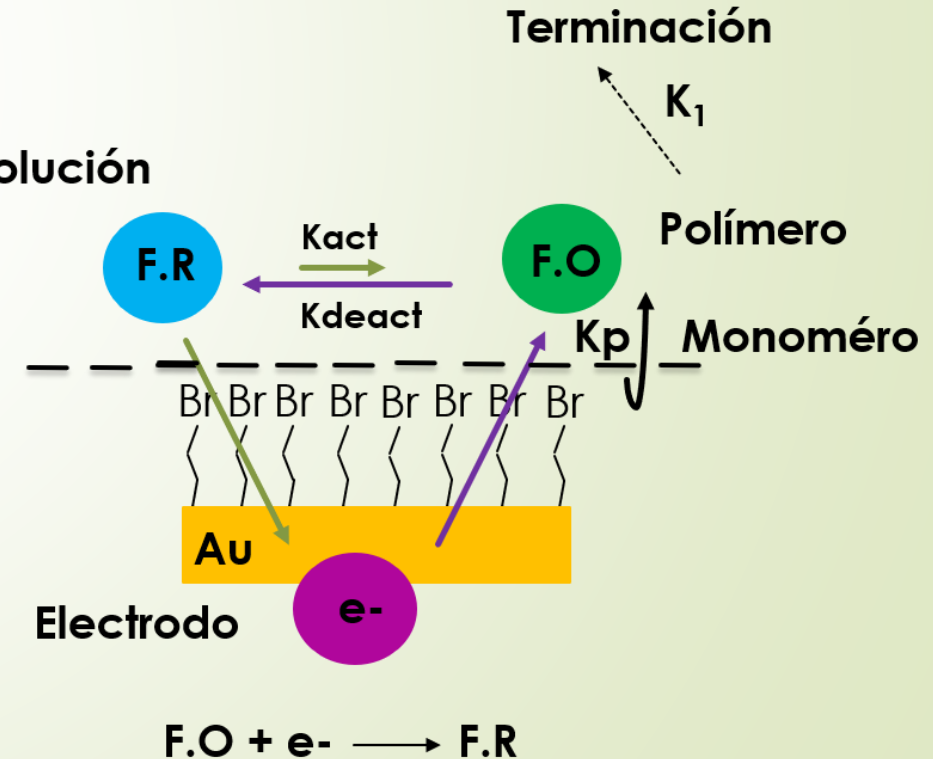
Permite presencia de aire

Metodología respetuosa con el medio ambiente

Fundamento

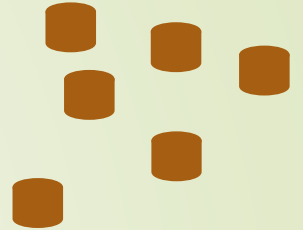
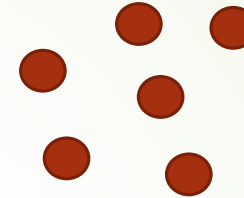
La relación de catalizador activante/desactivante se controla mediante la aplicación de potencial disminuyendo drásticamente la concentración de catalizadores

Disolución

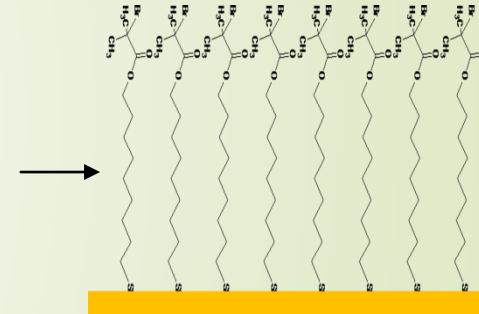
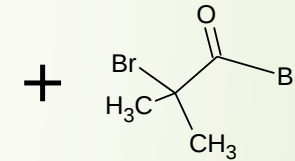
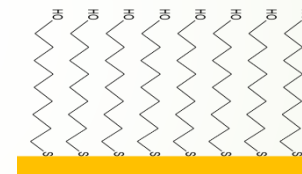


OBJETIVOS

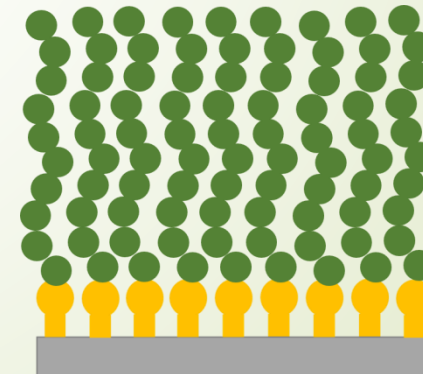
- Caracterización de sustratos de oro de diferente tamaño y forma



- Modificación mediante monocapas autoensambladas (SAMs) y su transformación en iniciadores radicálicos



- Crecimiento de polímeros *brushes* a partir de las superficies modificadas con SAMs



CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES Y CAPAS MOLECULARES

► Técnicas Electroquímicas

- Voltamperometría Cíclica
- Espectroscopía de Impedancia Electroquímica
- Cronoamperometría
- Balanza Electroquímica de Cuarzo (EQCM)

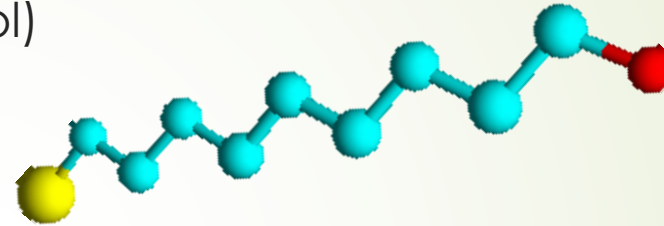
► Técnicas de Superficie

- Espectroscopía Fotoelectrónica de Rayos X (XPS)
- Fluorescencia de Rayos X (XRF)
- Dispersión de Luz Dinámica (DLS)
- Medida de Potencial Zeta
- Medida de Ángulo de Contacto
- Espectroscopía FT-IR
- Espectroscopía UV-visible-NIR
- Espectroscopía Raman
- Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)
- Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)

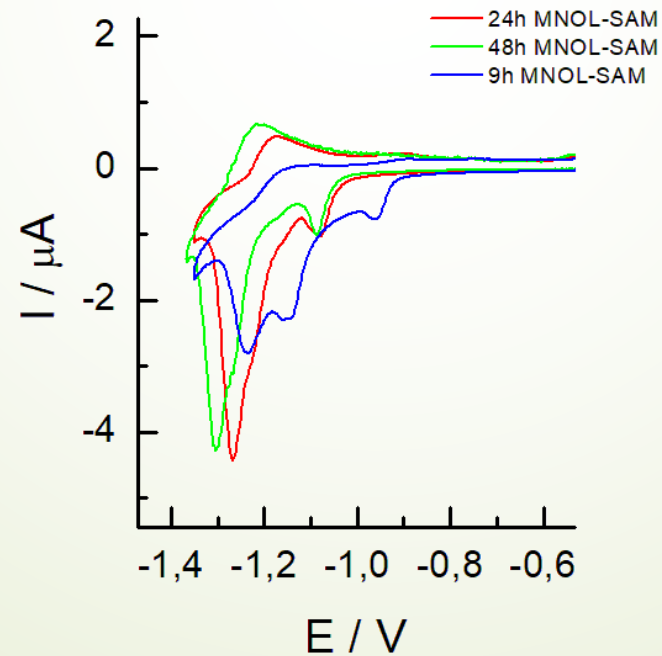
PRIMEROS RESULTADOS

➤ FORMACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MNOL-SAM

MNOL (1-Mercaptononan-9-ol)

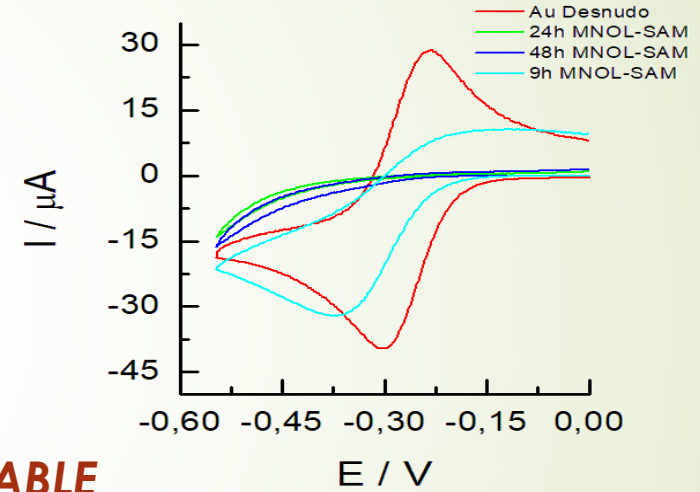
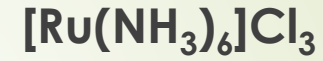
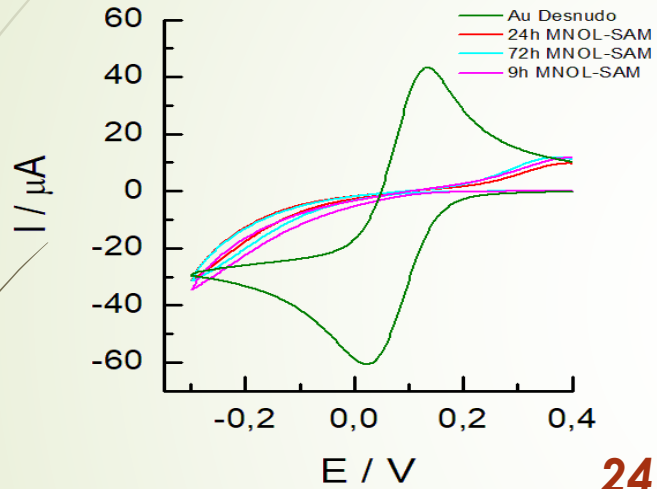


❖ Optimización del tiempo de formación:

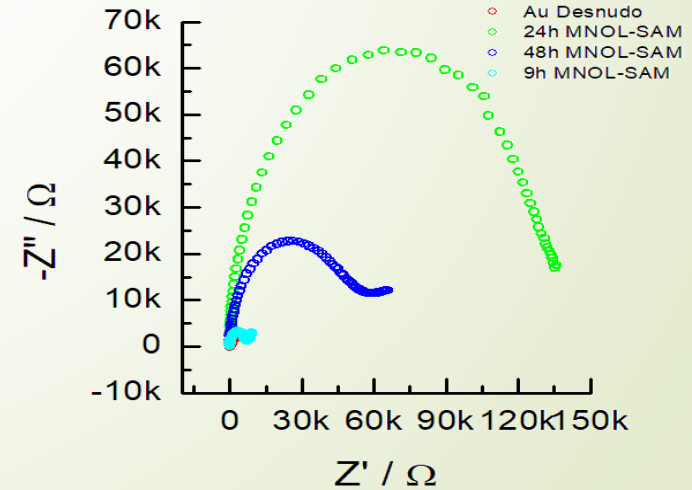
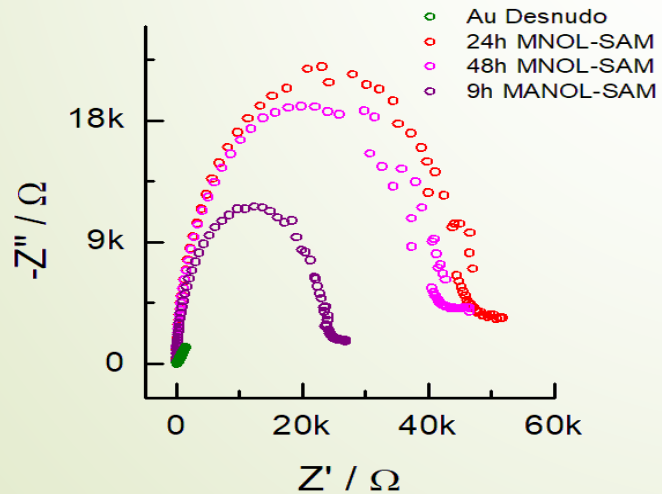


PRIMEROS RESULTADOS

❖ Capacidad Bloqueante frente a Sondas Redox

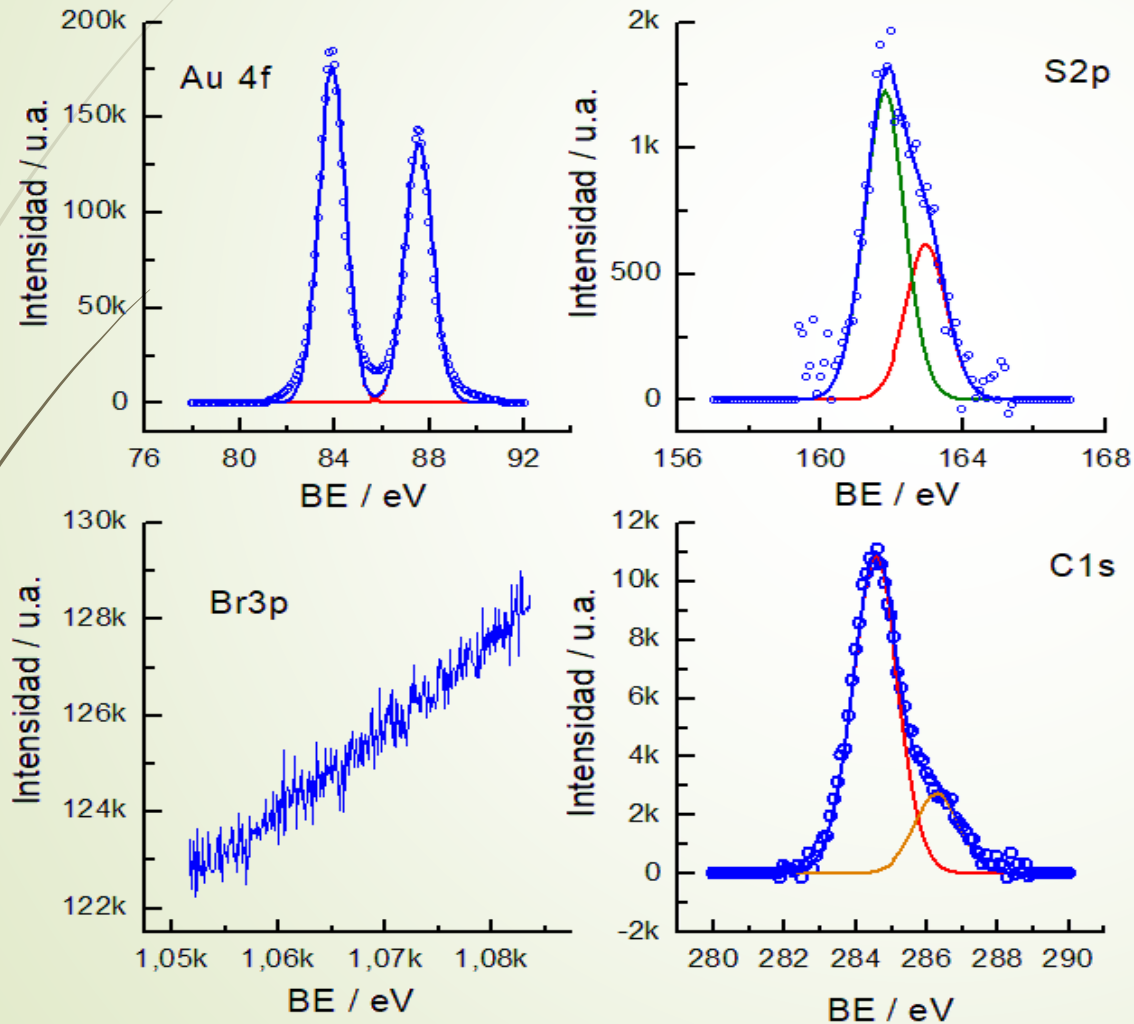


24 HORAS: MÁS ESTABLE



PRIMEROS RESULTADOS

❖ XPS



❖ ÁNGULO DE CONTACTO



PRIMEROS RESULTADOS

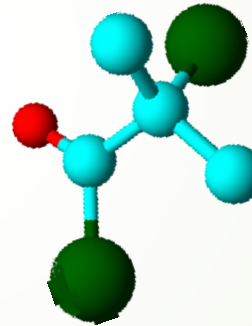
➤ ANCLAJE Y CARACTERIZACIÓN DEL INICIADOR (BiBB)

❖ Métodos

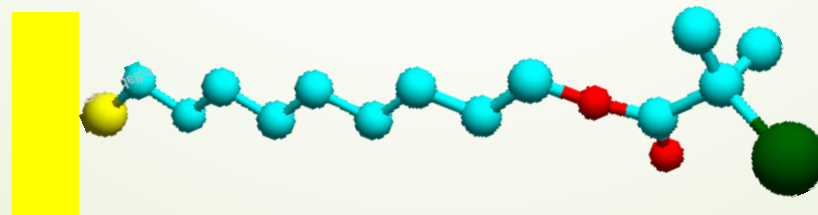
➤ Tiempo de Modificación en **BiBB**: 2-3 min

➤ Tiempo de Modificación en **BiBB**: 2 horas

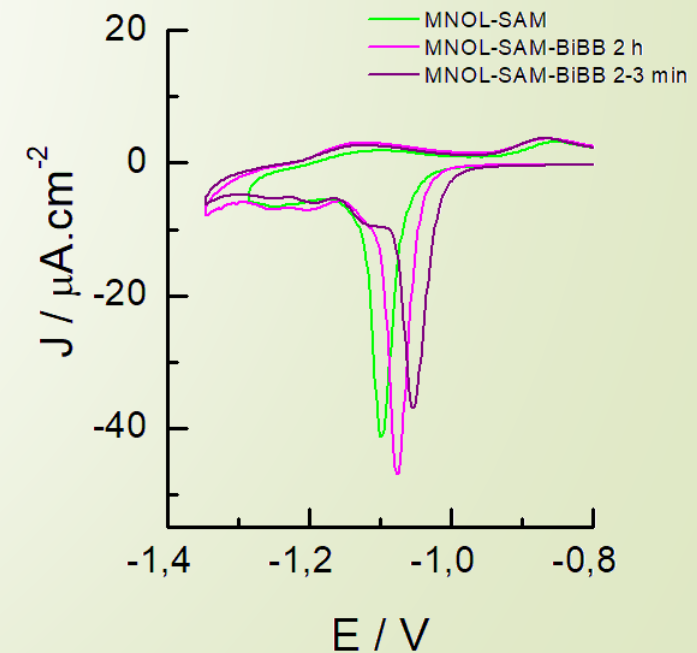
BiBB (*α -Bromoisobutyryl bromide*)



Se lleva a cabo el anclaje del iniciador (BiBB) a la MNOL-SAM

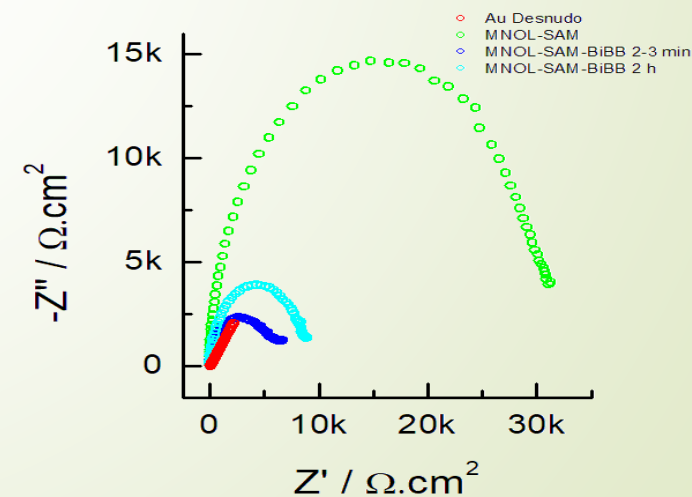
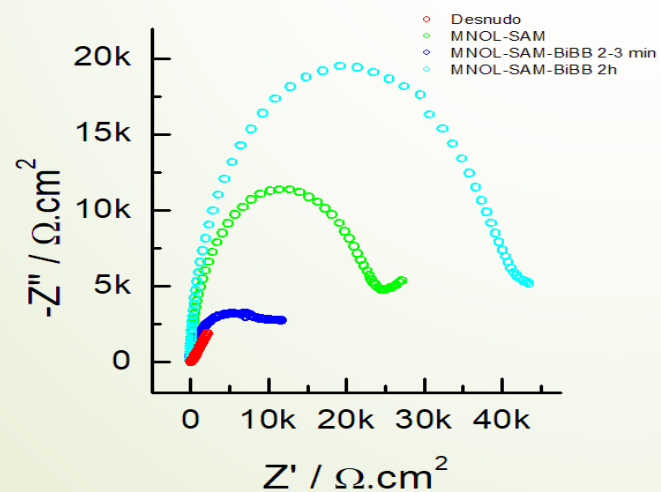
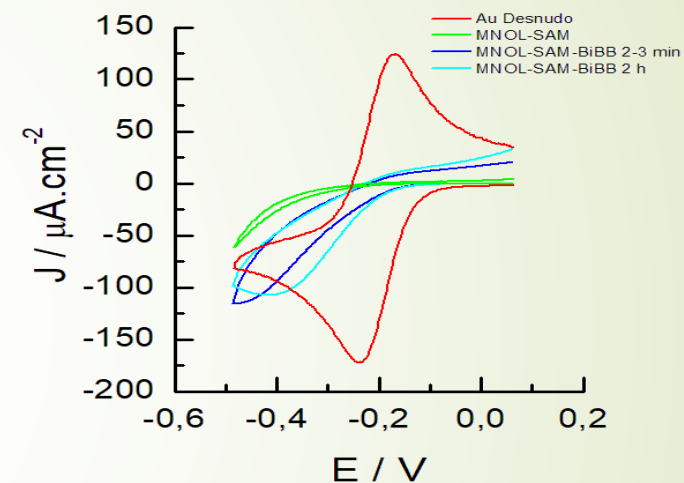
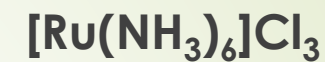
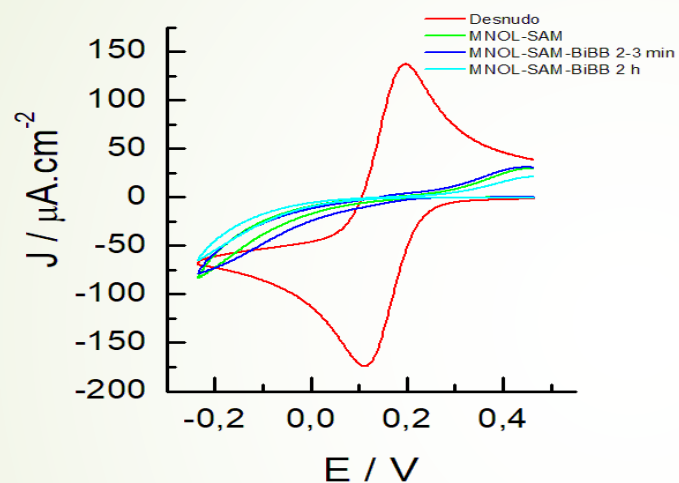


DESORCIÓN



PRIMEROS RESULTADOS

❖ Capacidad Bloqueante frente a Sondas Redox





Defensa Plan de Tesis Doctoral

Caracterización fisicoquímica de material nanoestructurado formado por ensamblaje de polímeros sobre oro.

Doctoranda: Irene Humanes Pérez

Directora: Teresa Pineda Rodríguez

Universidad de Córdoba

Madrid, 3 de julio de 2018

