

SÍNTESIS DE HIDROGELES NANOESTRUCTURADOS

***Orozco-Guareño E.^(c), Reyes I.^(a), López L. C.^{(b)(d)}, López Néri P.**

^(a)Dpto. de Ingeniería Química, ^(b)Dpto. de Ingeniería de Proyectos, ^(c)Dpto. de Química, eeorozco@ccip.udg.mx; eguareno@yahoo.com.mx, Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías Universidad de Guadalajara. Blvd. Marcelino García Barragán 1451 C.P.44430, Col Olímpica. Guadalajara, Jalisco. México. Tel. (33) 36 199 20; (33)31342222 ext. 7768.

^(d) Dpto. De Ciencias Básicas, Instituto Tecnológico Superior de Zapopan luzcecilia@yahoo.com, Zapopan, Jalisco, Camino Arenero No. 1101, Col. El Bajío. C.P. 45019

Abstract- Los geles poliméricos han experimentado en los últimos años un desarrollo muy importante como materiales multifuncionales al presentar una serie de características estructurales, así como propiedades físicas y químicas particulares. Estos materiales son polímeros entrecruzados que poseen una estructura micro/macrocópica bien definida que se refleja en propiedades únicas y especiales, ya que presentan alta dureza cuando son secos, blandos al hincharse en agua, elásticos, insolubles en agua y altamente hidrofílicos. Es precisamente esta última propiedad la que caracteriza su utilización en la agricultura para retención de humedad en suelos y en la industria muestran otras aplicaciones como sistemas de liberación de droga, dispositivos de separación, material selector de iones, moldes para la síntesis de materiales micro/mesoporosos, etc. En este trabajo se presenta la síntesis de hidrogeles nanoestructurados, cuya síntesis está basada en la polimerización entre monómeros acrílicos que fueron entrecruzados con un nuevo compuesto derivado del diacrilato de glicerol (DGA100) el cual fue sintetizado para este fin. Los hidrogeles obtenidos presentan potenciales de retención de agua de 2000 a 3000 veces su peso. Los materiales sintetizados fueron caracterizados morfológicamente mediante microscopia electrónica de barrido, SEM, y mecánicamente por pruebas de tensión.

Introducción

El estudio de hidrogeles estructurados y su respuesta a factores externos es de especial interés por su uso potencial en sistemas de liberación de droga^{1,2}, actuadores³, dispositivos de separación⁴, moldes para la síntesis de materiales micro/mesoporosos, etc. La polimerización de éstos hidrogeles depende fuertemente de las condiciones a las cuales es efectuada la reacción^{5,6}. En este trabajo se analiza la influencia de la temperatura a las cuales se realiza la síntesis del hidrogel, los cuales se componen principalmente de ácido acrílico, cuyos grupos funcionales son los principales responsables de la hidrofiliidad del material obtenido. El polímero es entrecruzado con un compuesto polifuncional, sobre la micro y mesoestructura. Los materiales obtenidos de esta manera exhiben microestructuras^{7,8}, mesoestructuras y macroestructuras regulares. Dicha estructura también es función de las condiciones de reacción, principalmente de la temperatura. En este trabajo se sintetizó un hidrogel elastómero a diferentes composiciones de agente reticulante obteniéndose hidrogeles con diferentes tipos de propiedades mecánicas.

Sección Experimental

Los hidrogeles se sintetizaron a partir de la polimerización entre el ácido acrílico y acrilamida. En la síntesis se utilizaron 27 gr. de acrilamida (97 %, Aldrich), 28 gr. de ácido acrílico (98%, Aldrich), los cuales se disolvieron en 55 gr. de agua ajustando el pH a 7 mediante la adición de una solución de KOH 0.1 M. Posteriormente se agrega el agente entrecruzante DGA100, el cual se incorporó al 1%, 4%, 8%, 18%, 25%, 36% y 47% en peso. Para llevar a cabo la reacción de polimerización se mezclaron todos los componentes excepto el iniciador, se combinaron

homogéneamente, enfriando la mezcla a 0°C por 24 hrs, la reacción se llevo a cabo en un baño para controlar la temperatura; donde una vez alcanzada la temperatura (25°C) se agregan a la mezcla de síntesis 11.5 mg de K₂SO₄ (99 %, Aldrich) disuelto en 3 ml de agua, se agita y se introduce al baño atemperado.

La cinética de hinchamiento de los xerogeles obtenidos se llevo a cabo en agua destilada y se determinó por gravimetría. La caracterización morfológica de la microestructura se realizó en un microscopio de Barrido Electrónico (SEM) JEOL JSM 5400 LV). Con una cámara CCD se tomaron fotografías de la macroestructura (MV). Las pruebas mecánicas se realizaron en una maquina de pruebas universales marca UNITED.

Resultados y Discusión

Varias micrografías demostraron que conforme se aumentó el porcentaje de agente entrecruzante, la cantidad de poros al parecer disminuye, lo que se refleja en mayores zonas que presentan estructuras cristalinas regulares. Este comportamiento microscópico del material puede ser apreciado en la figura 1. En ésta última, es decir la figura 1C, correspondiente a una cantidad de 8 % de entrecruzante, es donde fue posible observar que las estructuras formadas resultaron ser más cristalinas y regulares, con menos poros. La utilización de este agente entrecruzante según se demostró, puede tener mejores puntos de entrecruzamiento (posee más dobles enlaces o grupos reaccionantes en su cadena), suprimiendo impedimentos estéricos y por lo tanto favorecer la formación de estructuras más regulares. Este fenómeno se corroboró mediante el análisis de las figuras 2 a 4, donde se ilustra un estudio a diferentes aumentos de como fue más regular la estructura microscópica del hidrogel usando cantidades mayores de entrecruzante.

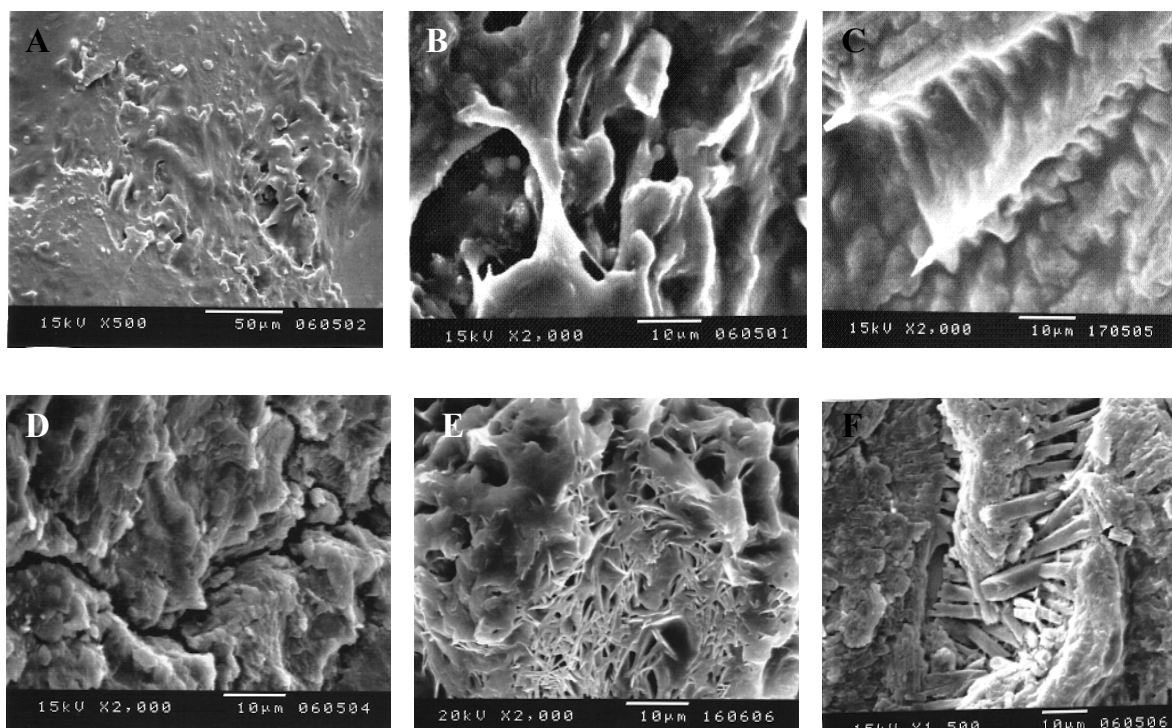


Figura 1 Micrografías de los hidrogeles sintetizados utilizando distintas concentraciones de DGA100 como agente entrecruzante. A) 1%, B) 4%, C) 8%, D) 18%, E) 25%, F) 36%.

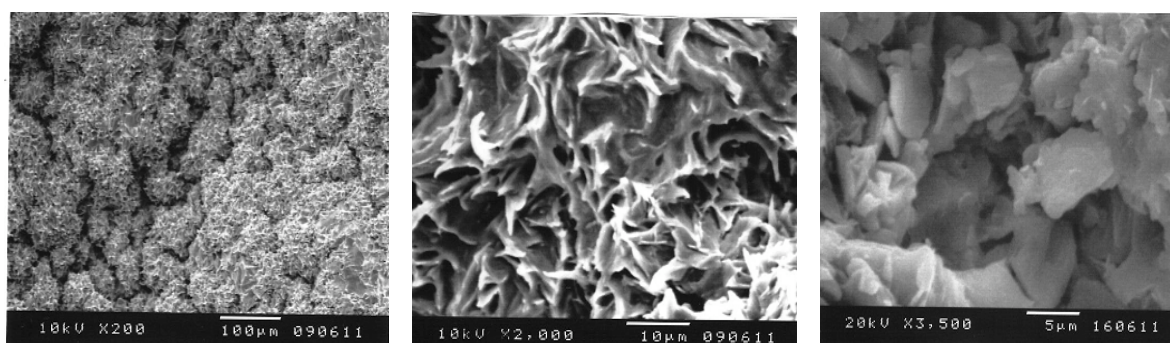


Figura 2 Micrografías de los hidrogeles sintetizados con 25% de agente entrecruzante a diferentes aumentos.

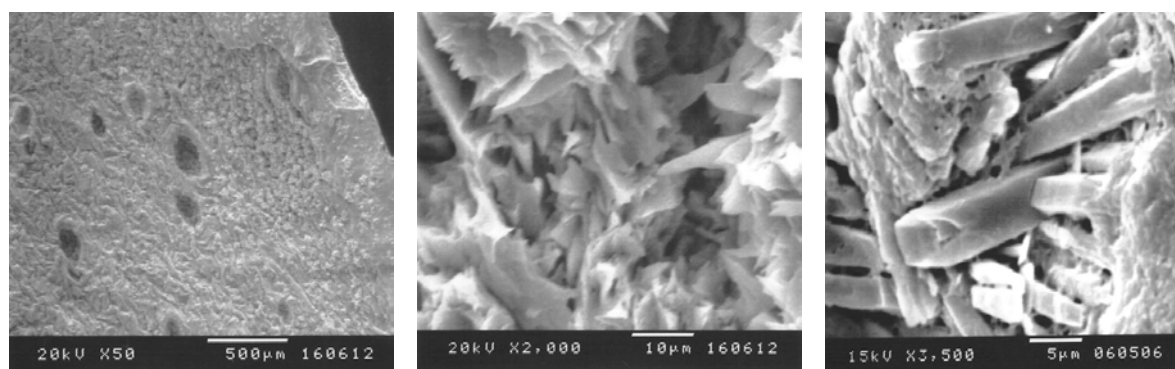


Figura 3 Micrografías de los hidrogeles sintetizados con 36% de agente entrecruzante a diferentes aumentos.

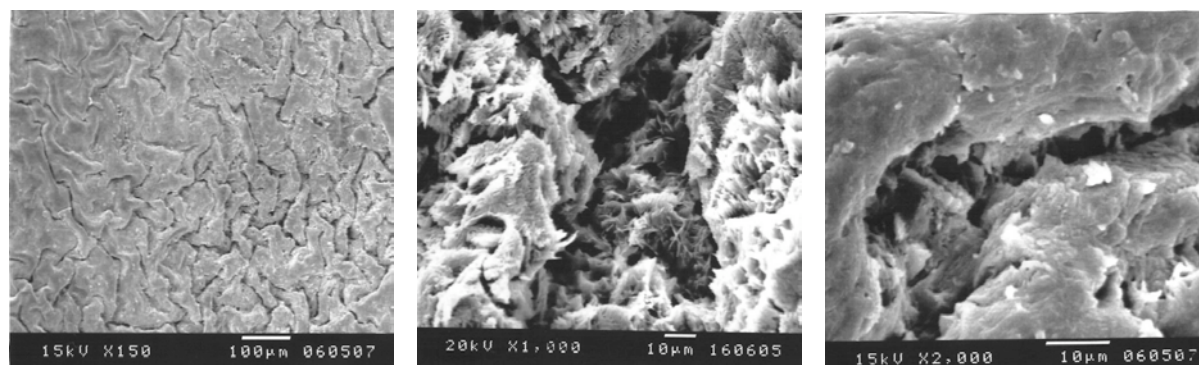


Figura 4 Micrografías de los hidrogeles sintetizados con 47% de agente entrecruzante a diferentes aumentos.

Se realizaron cinéticas de hinchamiento de los hidrogeles estudiados, se determinó la absorción de agua que poseen estos materiales en función del tiempo. Estos experimentos mostraron que el hidrogel alcanza porcentajes de hinchamiento variables dependiendo de la cantidad de agente entrecruzante presente en el hidrogel. Los valores de % de hinchamiento oscilan entre 1500 y 5000 excepto en el caso del 36 % de agente entrecruzante donde el valor es de aproximadamente 20000; lo anterior puede observarse en la figura 5. Los resultados de las pruebas mecánicas al incrementar la concentración de agente entrecruzante no se puede apreciar una tendencia definida; para el caso de 47% de agente entrecruzante el valor del esfuerzo es máximo comparado con los otros hidrogeles ya que alcanza un valor de 24 MPa con un % de deformación a la rotura de aproximadamente 1000.

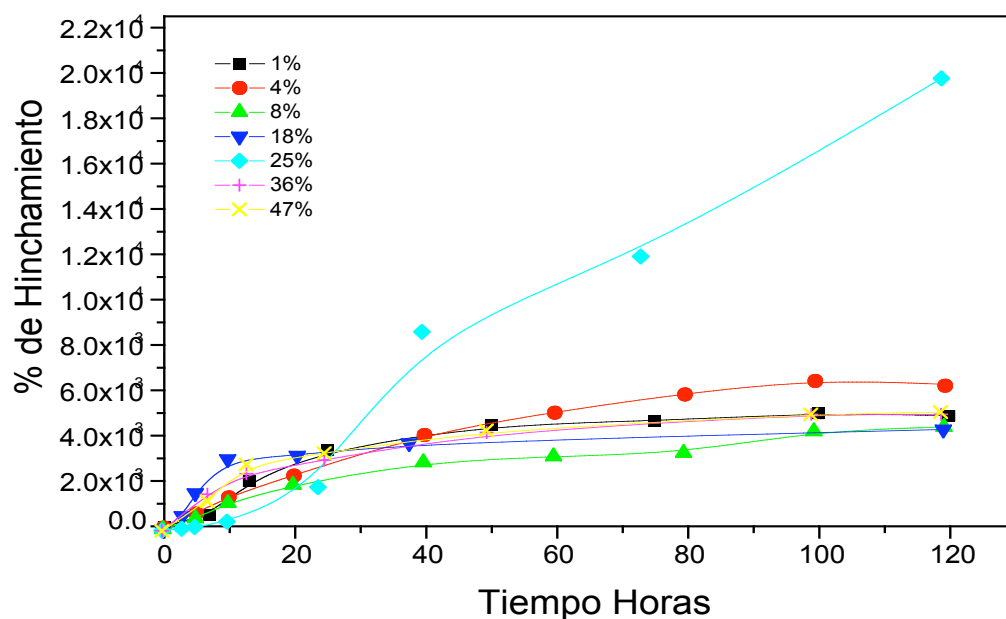


Figura 5 Cinéticas de Hinchamiento de los hidrogeles sintetizados con distintas concentraciones de agente entrecruzante.

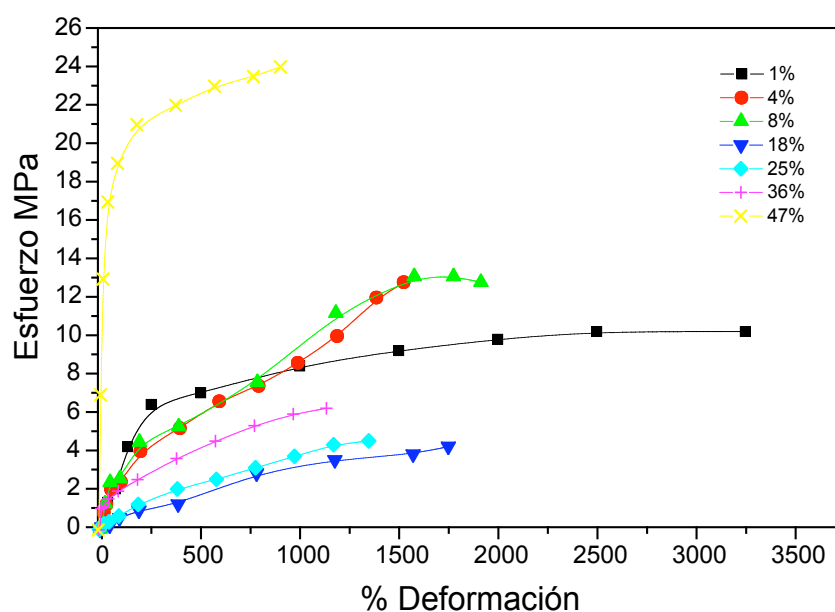


Figura 6 gráficas de esfuerzo deformación de los hidrogeles sintetizados.

Conclusiones

Al analizar la estructura microscópica como una función del poder de hinchamiento de los hidrogeles, los resultados obtenidos para estas propiedades no presentan una relación directa, sino que al parecer los hidrogeles son mejores absorbentes de agua al no presentar una estructura regular, es decir, mientras más amorfa es su estructura mejor poder de hinchamiento presenta. De lo anterior y en base a los resultados en SEM para DGA100 con un porcentaje grande, donde se demostró que el material presenta una estructura más regular, el material tuvo menor poder de hinchamiento. Se presentan todos los porcentajes usados con DGA100, en donde se observa también que al aumentar el porcentaje de entrecruzante aumenta el esfuerzo (ver 47 %). En base a los resultados obtenidos,

se puede concluir que una de las principales funciones de este entrecruzante, además de seguir proporcionando grupos funcionales hidrofílicos (grupos hidroxilo y carbamidas), es la de mejorar el comportamiento estructural.

Referencias

1. Okano, T. *Adv. Polym. Sci.* **1993**, *110*, 180-195.
2. Dong, L. C.; Hoffman, A. S. *J. Controlled Release* **1986**, *4*, 223-226.
3. De Rossi, D.; *et al.*, Eds. *Polymer Gels Fundamental and Biomedical Applications*; Plenum Press: New York, **1991**.
4. Freitas, R. F. S.; Cussler, E. F. *Chem. Eng. Sci.* **1987**, *42*, 97-106.
5. Pojman, J. A.; Ilyashenko, V. M.; Khan, A. M. *J. Chem. Soc., Faraday Trans.* **1996**, *92*, 2825-2837.
6. Washington RP, Steinbock O, *J. Am. Chem. Soc.* **2001**, *123*, 7933-7934
7. R. Jiménez, L. C. López, I. Reyes y S. García **2002** “Memorias SLAP 2002”, p. 472
8. V. Sáez, E. Hernández y L. Sanz, **2003**, Revista Iberoamericana de Polímeros, vol. 4(1), p. 21.
9. Orozco E.; Rojas A. A. *J. Chem. Thermodynamics* **2000**, *32*, 767-775.
10. Orozco, E.; Rojas A. A. *Termochimica Acta*, **2003**, *405*, 93-107.
11. Skinner, H.A. *Experimental Thermochemistry*, **1962**, Wiley, N. Y.