

HIDROGELES ACRILICOS MICRO/MESO/MACROESTRUCTURADOS. INFLUENCIA DEL TIPO DE SINTESIS EN EL DESARROLLO MORFOLOGICO

*¹I. Reyes, ¹E. Orozco, ¹R. M. Jiménez,^{1,2} L. C. López, ¹M. Prado,¹ M. Hernández,^{1,3}F. Bautist

¹ Universidad de Guadalajara, Jalisco, México indurey@hotmail.com, rjimenez@ccip.udg.mx, egwareno@yahoo.com,
pradomarioiq@yahoo.com, luzcecilial@yahoo.com

² Instituto Tecnológico Superior de Zapopan, Jalisco, México luzcecilial@yahoo.com

³ Centro de Enseñanza Técnica Industrial, Jalisco, México ferbautistay@yahoo.com

Abstract- Los hidrogeles son polímeros entrecruzados que exhiben estructuras micro, meso macroscópicas bien definida y presentan propiedades únicas, ya simultáneamente son blandos, elásticos, insolubles en agua e hidrofílicos. Esta combinación de propiedades hace posible su utilización sistemas de liberación de droga⁽¹⁾, actuadores⁽²⁾, dispositivos de separación⁽³⁾, moldes para la síntesis de materiales micro/mesoporosos, agricultura, etc. Se presenta el primer tipo de hidrogeles que exhibe estructuras a tres diferentes escalas (10^{-6} , 10^{-4} y 10^{-2} m). La obtención de estos materiales se realizó a distintas condiciones de reacción, variando la cantidad de agente entrecruzante obteniéndose hidrogeles con diferentes tipos de morfología. La caracterización de los hidrogeles se realizó por microscopia electrónica de barrido, por microscopia de luz polarizada, y visualización de imágenes macroscópicas, de igual forma se realizaron las cinéticas de hinchamiento en agua para evaluar su capacidad de retención. Las morfologías observadas presentan cambios drásticos en su estructura al cambiar las condiciones de la reacción de polimerización y la concentración de agente reticulante pasando de una estructura esponjosa a bajas concentraciones hasta llegar a la formación de estructuras porosas.

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 drogas (Okano 1993, Dong 1986), actuadores (De Rossi 1991), dispositivos de separación (Freitas 1987), moldes para la síntesis de materiales micro/mesoporosos, etc. La polimerización de estos hidrogeles depende fuertemente de las condiciones de reacción (Gehrke 1993, H. Shott 1992). En este trabajo se analiza la influencia de la temperatura de síntesis sobre las propiedades mecánicas de los hidrogeles. Éstos se sintetizaron a partir de acrilamida y ácido acrílico y son entrecruzados con un compuesto polifuncional. Los grupos funcionales del ácido acrílico son los principales responsables de la hidrofiliidad del material obtenido. Los materiales obtenidos exhiben simultáneamente microestructuras (I. Katime 1996, Ureta 2004), mesoestructuras y macroestructuras regulares. Dichas estructuras también son

función de las condiciones de reacción, destacando la temperatura.

Los hidrogeles son polímeros entrecruzados que poseen una estructura micro/macrocópica bien definida y presentan propiedades únicas, ya que son blandos, elásticos, insolubles en agua e hidrofílicos. Hidrogeles basados en acrílicos sintetizados bajo condiciones muy controladas, exhiben combinaciones poco usuales en sus propiedades mecánicas y en su capacidad de hinchamiento. Estas propiedades dependen fuertemente de la concentración del agente entrecruzante, de la historia térmica durante la síntesis, de las condiciones de reacción principalmente a la temperatura de polimerización, que induce a una separación de fases cercana a los 37°C [8].

En este trabajo se realizó la síntesis de hidrogeles a distintas condiciones de reacción que presentan micro/meso y macroestructuras simultáneamente.

Sección Experimental

Los hidrogeles analizados en este trabajo, se formaron a partir de la reacción de 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 agregó el diacrilato de glicerol (90 % Mexica Industrial) como agente entrecruzante, el cual se incorporó al 1%, 4% y 8.0 % 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. Se utilizaron distintas condiciones de reacción: a) sin control térmico, b) con control térmico y c) a distintas temperaturas de reacción (5,12,15,20,25,30,40,50,60,70 y 80°C), donde una vez determinadas las condiciones de reacción de cada tipo de hidrogel se agregan a la mezcla de síntesis 11.5 mg de K₂SO₄ (99 %, Aldrich) disuelto en 3 ml de agua.

Se realizó la cinética de hinchamiento de los hidrogeles obtenidos en agua destilada, por gravimetría. La caracterización morfológica de la microestructura se realizó en un Microscopio de Barrido Electrónico (SEM), en relación a la mesoestructura se utilizó un microscopio Olimpia conectado a una cámara de video Hitachi. En el seguimiento cinético se observaron las macroestructuras formadas durante el hinchamiento del hidrogel.

Resultados y Discusión

Las imágenes obtenidas por SEM para cada tipo de hidrogel revelan una estructura tridimensional regular con un espesor de 5 y 100 μm ; estas estructuras representan en materiales muy esponjosos a bajas concentraciones de agente reticulante hasta estructuras rígidas y porosas a altas concentraciones de agente reticulante. Las condiciones de síntesis determinan fuertemente la estructuración del material.

Los hidrogeles sintetizados sin control térmico no presentan estructuras definidas conforme se incrementa la cantidad de agente entrecruzante. La síntesis de hidrogeles con control térmico muestra que el material presenta arreglos estructurales conforme se incrementa la cantidad de agente entrecruzante; lo anterior se observa en la figura 1.

Al comparar las síntesis de los distintos tipos de hidrogeles se observa una temperatura para la cual la estructuración es máxima (12°C) y esta a su vez depende de la cantidad de agente reticulante presente. A altas temperaturas la velocidad de síntesis es más rápida, por lo que la estructuración se ve drásticamente deteriorada (ver figura 2). El grado de estructuración se incrementa al incrementar la concentración de agente reticulante.

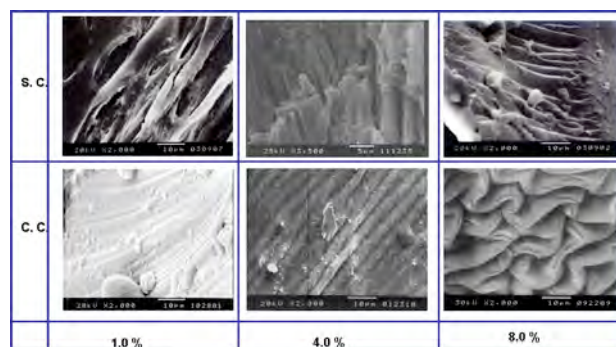


Figura 1. Micrografías de los hidrogeles sintetizados sin control térmico (s.c.) y con control térmico (c.c.); a distintas concentraciones de agente entrecruzante.

En las figuras 3 se pueden observar las micrografías de luz polarizada y en la figura 4 las macrografías tomadas a los hidrogeles sintetizados con control térmico las cuales muestran la evolución de la estructuración conforme avanza el % de hinchamiento en el hidrogel.

Las cinéticas de hinchamiento de los hidrogeles sintetizados muestran altos valores de % de hinchamiento para los hidrogeles sintetizados sin control térmico teniendo valores alrededor de 45000%, figura 5. Los hidrogeles sintetizados con control térmico muestran un decremento considerable en el %

de hinchamiento comparados con sus correspondientes % de agente entrecruzante sin control térmico, figura 6.

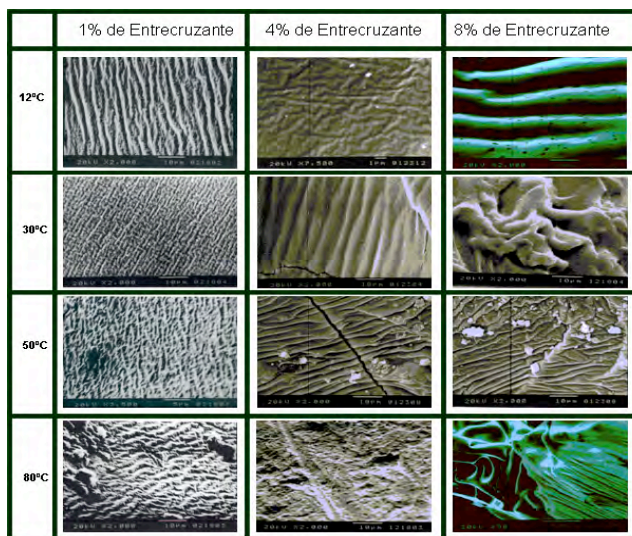


Figura 2. Micrografías de los hidrogeles sintetizados a distintas temperaturas.

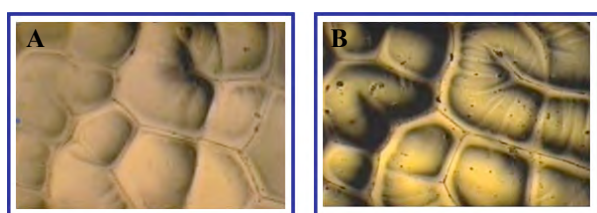


Figura 3. Micrografías de luz polarizada tomadas a los hidrogeles con 4% de agente entrecruzante. A) 300% de hinchamiento, B) 500% de hinchamiento.

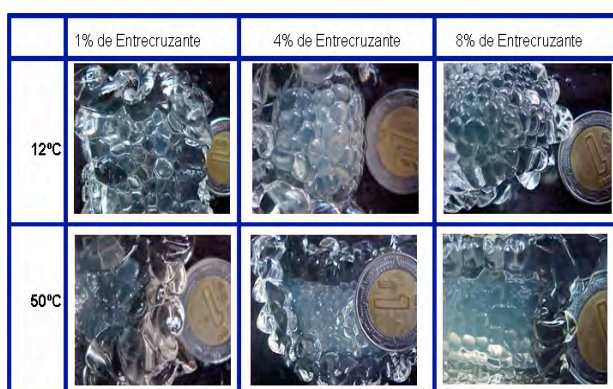


Figura 4. Macrografías de los hidrogeles sintetizados a distintas temperaturas.

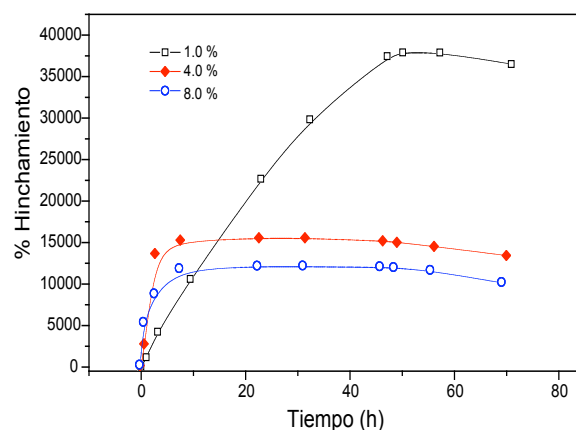


Figura 5. Cinéticas de hinchamiento de los hidrogeles sintetizados sin control térmico.

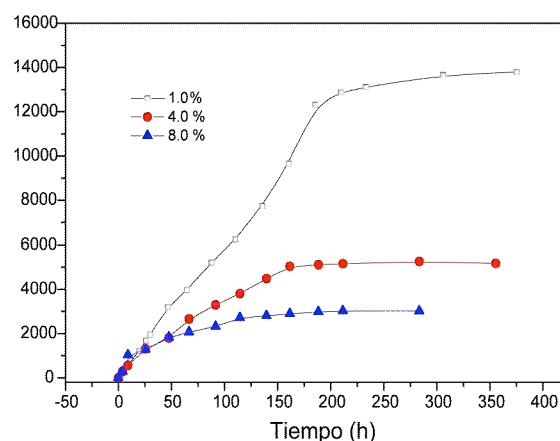


Figura 6. Cinéticas de hinchamiento de los hidrogeles sintetizados con control térmico.

Los hidrogeles obtenidos por síntesis a distintas temperaturas muestran que al variar la temperatura de la síntesis para cada concentración de agente reticulante se presentan máximos hinchamientos en diferentes puntos de la escala de temperatura trabajada, figura 7. Para el hidrogel con 1% de agente reticulante se observa que a 20°C tiene un hinchamiento máximo de 38,256% mostrando estructuración, mientras que para 60°C su máximo hinchamiento es de 38,000% pero con un decremento en la estructuración. Los hidrogeles con 4% de agente reticulante mostraron que a 20, 60 y 80°C se presentan los máximos hinchamientos y los hidrogeles con 8% de reticulante tienen sus máximos hinchamientos a 12 y 70°C; pero de igual forma al incrementar la temperatura de la síntesis la estructuración se ve dañada. En las figuras 7, 8 y 9 se muestran las cinéticas de hinchamiento de los hidrogeles sintetizados, donde los símbolos representan los datos experimentales y las líneas continuas son regresiones lineales, ya que las cinéticas obtenidas son de segundo orden.

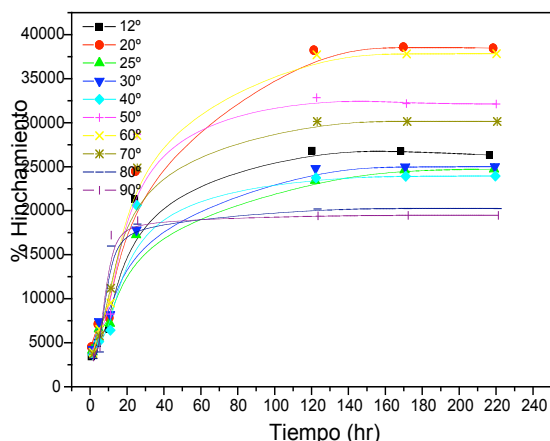


Figura 7. Cinéticas de hinchamiento de los hidrogeles sintetizados a distintas temperaturas con 1% de agente entrecruzante.

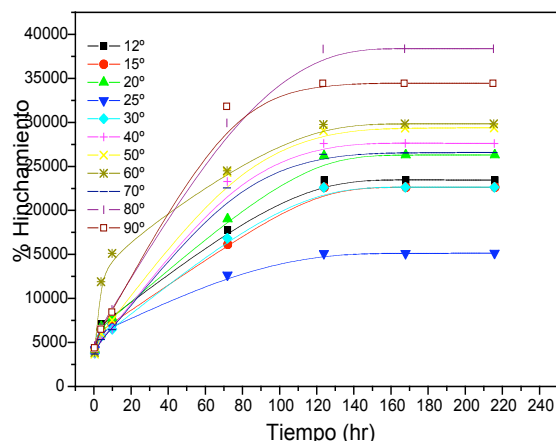


Figura 8. Cinéticas de hinchamiento de los hidrogeles sintetizados a distintas temperaturas con 4% de agente entrecruzante.

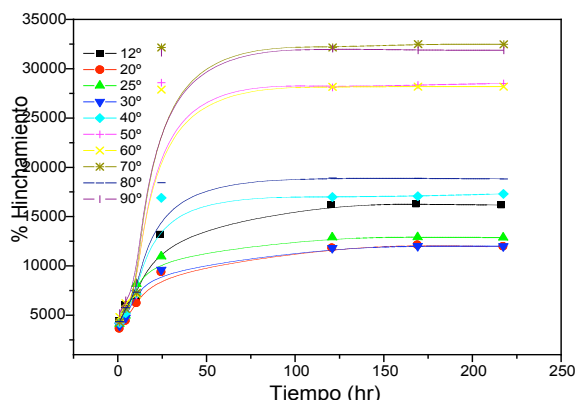


Figura 9. Cinéticas de hinchamiento de los hidrogeles sintetizados a distintas temperaturas con 8% de agente entrecruzante.

Conclusiones

Los hidrogeles basados en ácido acrílico sintetizados bajo un estricto control de las condiciones de síntesis, exhiben microestructuras, mesoestructuras y macroestructuras. La temperatura de la síntesis modifica las propiedades de los hidrogeles así como su estructuración. Existe una temperatura de síntesis ideal para obtener materiales estructurados y con buenas propiedades mecánicas, para cada concentración de agente reticulante.

Referencias

1. Dong, L. C.; Hoffman, A. S. J. Controlled Release 1986, 4, 223-226.
2. Freitas, R. F. S.; Cussler, E. F. Chem. Eng. Sci. 1987, 42, 97-106.
3. De Rossi, D.; et al., Eds. Polymer Gels Fundamental and Biomedical Applications; Plenum Press: New York, 1991.
4. H. Shott, J. Macromol. Sci. Phys. 1992, 22(3) 2-9
5. Gehrke, S.K. Adv. Polym. Sci. 1993, 110, 83-144.
6. Okano, T. Adv. Polym. Sci. 1993, 110, 180-195.
7. I. Katime, J.L. Velada, R. Novoa, E. Díaz de Apodaca, J. Puig and E. Mendizábal, Polym. Int. 40, 281 (1996).
8. Ureta, L.C, et al, Langmuir (2005), unpublished.