

SINTESIS DE HIDROGELES NANOESTRUCTURADOS. EFECTO DEL TIPO DE ENTRECruzANTE EN LA MICROESTRUCTURA

***López L. C., López Néri P.**

Dpto. De Ciencias Básicas, Instituto Tecnológico Superior de Zapopan, Zapopan, Jalisco, Camino Arenero No. 1101, Col. El Bajío. C.P. 45019

** Author for correspondence: e-mail: luzcecial@yahoo.com.*

Abstract- Los hidrogeles son polímeros entrecruzados que poseen una estructura micro/macroscópica bien definida y presentan propiedades únicas, ya que son blandos, elásticos, insolubles en agua e 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, actuadores, dispositivos de separación, moldes para la síntesis de materiales micro/mesoporosos, etc. En este trabajo se presenta la obtención de hidrogeles nanoestructurados, basados en monómeros acrílicos entrecruzados con dos tipos de agentes reticulantes: un diacrilato de glicerol (DGA) y un derivado del diacrilato de glicerol (DGA100) sintetizado para este fin. Los hidrogeles obtenidos presentan potenciales de retención de agua de 1000 a 5000 veces su peso, dependiendo del entrecruzante y su concentración en el sistema de reacción. Los hidrogeles sintetizados son caracterizados microscópicamente por la técnica de microscopia SEM y mecánicamente por ensayos de tensión.

Introducción

A nivel microscópico, los hidrogeles pueden tener una estructura bien definida, la que se conserva macroscópicamente y su poder hidrofílico puede ser variable, provocado por la cantidad de grupos funcionales afines al agua. Es precisamente esta última propiedad la que caracteriza su utilización en la agricultura para retención de humedad en suelos¹ y en otras aplicaciones por ejemplo medicas, se utilizan como lentes de contacto o prótesis, también pueden ser utilizados como sistemas de liberación controlada de drogas, soportes de catalizadores, dispositivos de separación, etc.

El desarrollo de este trabajo forma parte de una investigación más amplia, la cual consiste en la síntesis y caracterización de materiales poliméricos únicos con una gran afinidad al agua, denominados hidrogeles. Estos poseen una estructura polimérica entrecruzada la cual, por acción de un líquido, experimenta hinchamiento permaneciendo insoluble sin perder su forma original. La conservación de la forma es el resultado de un balance entre las fuerzas intermoleculares dispersivas y cohesivas (dentro de las cuales se incluye la absorción del disolvente). Cuando se ha sintetizado el gel y se seca completamente, se obtiene una estructura cristalina denominada xerogel, si el hinchamiento se produce por acción del agua se obtienen entonces los denominados hidrogeles, los cuales poseen un carácter hidrófilo debido a la presencia en su estructura molecular de grupos afines al agua (OH^- , COOH^- , CONH_2^- , SO_3H , CONH^-); la existencia de una red polimérica los hace insolubles en agua y su suavidad y elasticidad se asocian con la hidrofiliidad de los monómeros y la densidad de entrecruzamiento².

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 según el caso

(DGA com pureza del 90 % o DGA100 ambos de Mexica Industrial), 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, 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 atemperado³.

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

Una vez realizada la síntesis del hidrogel se procedió a caracterizar la estructura a nivel molecular del material mediante microscopia electrónica de barrido; este estudio permitió identificar ciertas zonas del material, donde se encuentran estructuras cristalinas y/o la presencia de poros. Varias micrografías demostraron que conforme se aumentó el porcentaje de agente entrecruzante, la cantidad de poros al parecer disminuye, lo que se refleja mayores zonas con estructuras cristalinas regulares. Este comportamiento microscópico del material puede ser apreciado en las figuras 1 a 3 En ésta última, es decir la figura 3, 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 y estructuras más grandes. Este comportamiento es necesario corroborarlo quizá mediante otra técnica que ya no corresponde a los objetivos de este trabajo (por ejemplo alguna técnica calorimétrica). De igual forma, en las mismas figuras, se observó el efecto que presenta la utilización del DGA100, y que resultó un mejor compuesto ya que proporcionó una estructura microscópica mejor definida y de mayor tamaño que el DGA en el mismo porcentaje (ver figuras 1 a 3).

Los hidrogeles sintetizados usando los dos agentes entrecruzantes presentan propiedades físicas similares. A bajos porcentajes de entrecruzante y al estar hinchados en agua fueron blandos, translucidos e insolubles en agua. Se obtuvieron varias fotografías digitales de los materiales obtenidos para analizar su comportamiento macroscópico, donde se puede apreciar que los hidrogeles con DGA presentan mayor estructuración a las misma concentración que en el caso del DGA100 lo que se aprecia en la figura 4.

Las cinéticas de hinchamiento de los hidrogeles sintetizados mostraron que el hidrogel alcanza porcentajes de hinchamiento variables y que son función del agente entrecruzante utilizado. Lo anterior puede ser observado en la figura 5 donde se comparan los porcentajes de hinchamiento usando DGA y DGA100. Es notorio que los hidrogeles sintetizados com el DGA tienen mayor poder de hinchamiento que los sintetizados com el DGA100, alcanzando un hinchamiento máximo (con las mismas cantidades en masa de entrecruzante) el primero en porcentaje de hasta 37,000 con 1 % de entrecruzante. En cambio para el DGA100 el obtenido fue de alrededor de 6,700 %. El tiempo necesario para alcanzar este porcentaje fue de 45 y 100 horas respectivamente.

De los resultados de las pruebas mecánicas se tiene que el esfuerzo a la tracción es mayor al incrementase la concentración del agente entrecruzante; el comportamiento a la deformación es inverso con respecto a la concentración de entrecruzante como se observa en la figura 6, los hidrogeles sintetizados con DGA100 presentaron los mayores valores en esfuerzo y deformación.

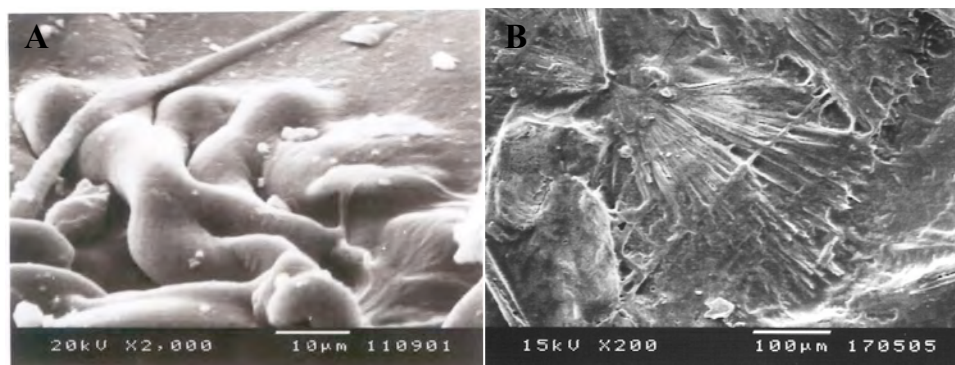


Figura 1 Micrografías del hidrogel con 1.0 % de agente entrecruzante. A)entrecruzante DGA, B)entrecruzante DGA100.

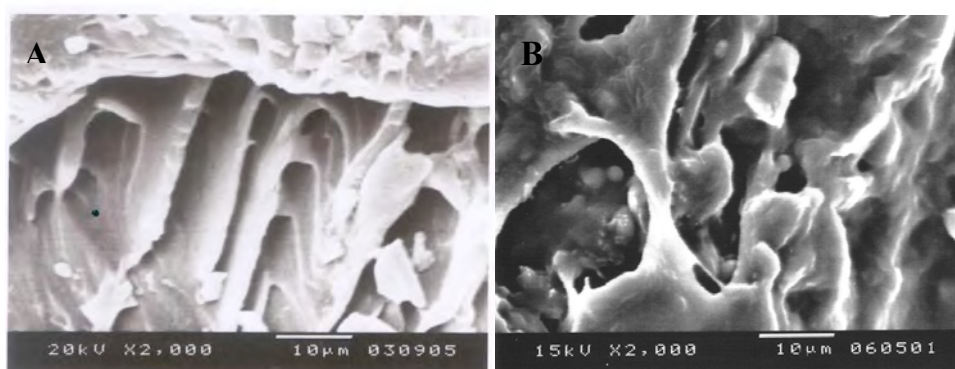


Figura 2 Micrografías del hidrogel con 4 % de agente entrecruzante. A)entrecruzante DGA, B) entrecruzante DGA100.

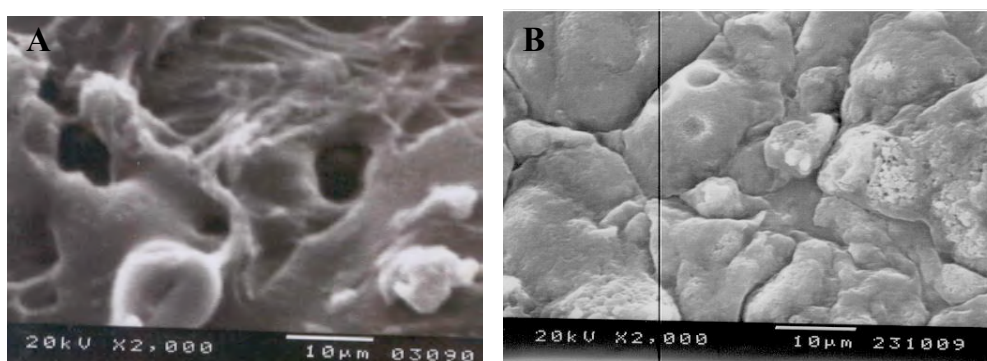


Figura 3 Micrografías del hidrogel con 8 % de agente entrecruzante. A)entrecruzante DGA, B) entrecruzante DGA100.

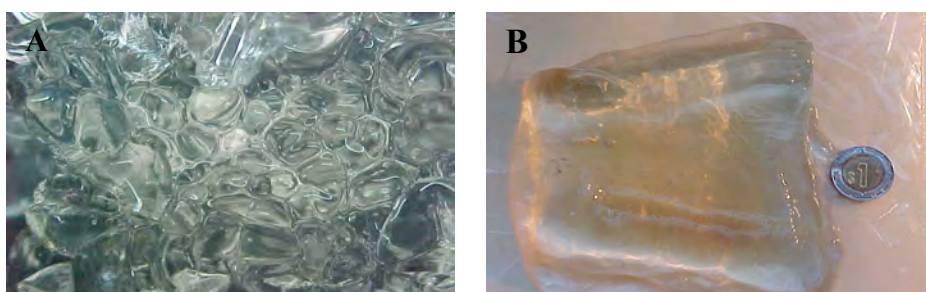


Figura 4 Macrografías del hidrogel con 4 % de agente entrecruzante. A)entrecruzante DGA, B) entrecruzante DGA100.

SQ25

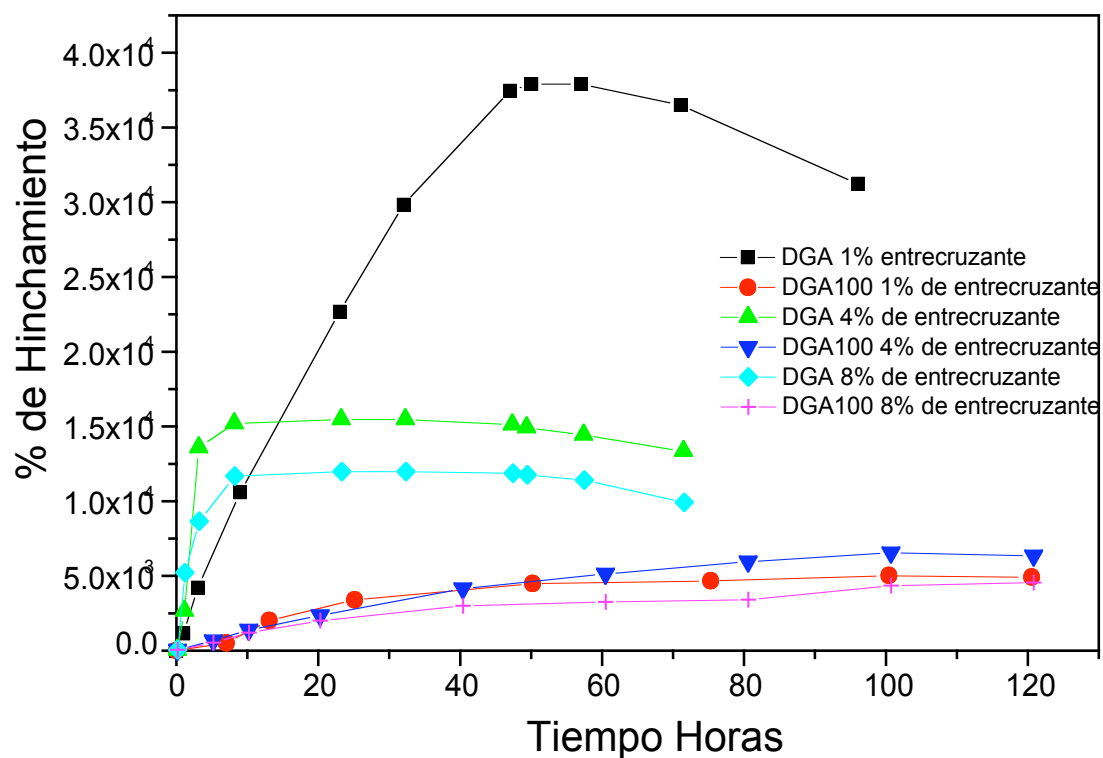


Figura 5 Gráfica de las cinéticas de hinchamiento comparando el tipo de entrecruzante.

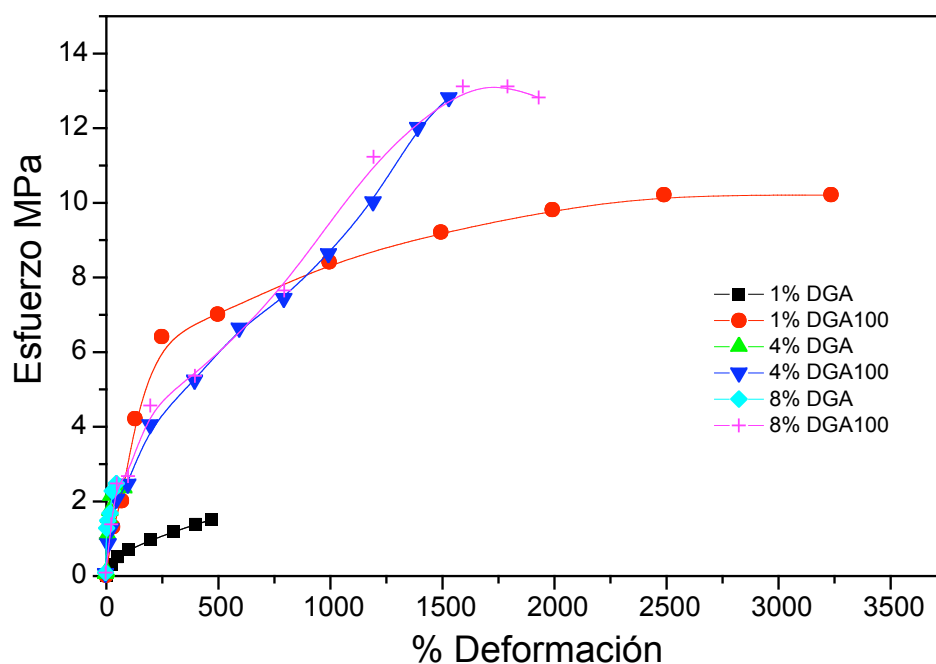


Figura 6 Gráfica esfuerzo-deformación de los hidrogeles sintetizados

Conclusiones

En base a los resultados obtenidos, se puede concluir que una de las principales funciones de este entrecruzante (DGA100), además de seguir proporcionando grupos funcionales hidrofílicos (grupos hidroxilo y carbamidas), es la de mejorar el comportamiento estructural. Mas aún, estos grupos también aumentan el “poder” de hinchamiento. 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.

Referencias

1. Kinney, A.B. & A.B. Scranton (1994)/ Superabsorbent Polymers, ACS/ Symposium series
2. Katime et al., Polymer International, (1996).
3. Ureta, L.C, et al, Langmuir (2005), unpublished.
4. Dong, L. C.; Hoffman, A. S. J. *Controlled Release* **1986**, 4, 223-226.
5. Freitas, R. F. S.; Cussler, E. F. *Chem. Eng. Sci.* **1987**, 42, 97-106.
6. De Rossi, D.; et al., Eds. *Polymer Gels Fundamental and Biomedical Applications*; New York, **1991**.
7. H. Shott, J. *Macromol. Sci. Phys.* **1992**, 22(3) 2-9
8. Gehrke, S.K. *Adv. Polym. Sci.* **1993**, 110, 83-144.
9. Okano, T. *Adv. Polym. Sci.* **1993**, 110, 180-195.