

## **SÍNTESIS EN MICROEMULSIÓN DIRECTA DEL COPOLÍMERO DE ACRILAMIDA / ACRILONITRILO Y SU CARACTERIZACIÓN: ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO Y PROPIEDADES DE HINCHAMIENTO**

**F. J. Moscoso Sánchez<sup>1</sup>, L. Lomeli Pérez<sup>1</sup>, A. González Álvarez<sup>2</sup>, J. Flores Mejía<sup>2</sup>, R. J. Sanjuán<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>\* Centro Universitario de la Ciénega. Universidad de Guadalajara. Av Universidad 111. Ocotlán Jalisco México.  
Fco\_moscoso@yahoo.com

<sup>2</sup> Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingeniería. Universidad de Guadalajara. Blv. Marcelino Gracia  
Barragán # 1451

Abstract- Se encontró la región en donde el sistema acrilamida / acrilonitrilo/ Dodeciltrimetil bromuro de amonio (DTAB)/ Agua forman microemulsión a 50 °C. Una vez obtenido el diagrama de fases. Se escoge un punto de reacción para realizar la síntesis de acrilamida/acrilonitrilo. La polimerización se lleva a cabo en un reactor de 50 ml, vertiendo Acrilamida / Acrilnitrilo/ DTAB/ Agua y burbujeando argón durante 20 min para eliminar el oxígeno disuelto. Posterior a esto, se utiliza el 2,2' azobis ( 2-aminodinopropano ) ( V-50 ) como iniciador. La reacción es llevada a cabo hasta conversión total. El latex obtenido es secado, recogiendo después el copolímero y lavándolo con metanol a 40 °C. Se determina la composición del copolímero obtenido por medio de espectroscopia de infrarrojo (IR). La temperatura de transición vítrea se determinó por medio de calorimetría diferencial de barrido, obteniendo una *T<sub>g</sub>* de 100.6 °C. El porcentaje de hinchamiento es determinado por gravimetría.

## Introducción

Las microemulsiones son fases fluidas microestructuradas, de baja viscosidad, ópticamente transparentes o translúcidas, en equilibrio termodinámico, que contiene dos fluidos inmiscibles (generalmente agua y aceite) y agentes tensoactivos. De acuerdo a lo anterior, las microemulsiones difieren de las emulsiones ordinarias por su estabilidad termodinámica y su transparencia; de las soluciones moleculares por su microestructura; y de los cristales líquidos por su baja viscosidad (Kumar y Mittal; 1999). Debido a que permiten la mutua solubilización del agua y aceite en fases termodinámicamente estables, las microemulsiones se forman espontáneamente y con frecuencia exhiben tensiones interfaciales ultra bajas ( $10^{-2}$  m N/m)<sup>1/4</sup> contra fases acuosas y oleicas (Burrell y col; 1980). Entre las estructuras que pueden adoptar las microemulsiones, dependiendo de la temperatura, presión, composición, etc., se encuentran las dispersiones coloidales de agua en aceite o aceite en agua estabilizadas con una capa de surfactante con diámetros de partícula de 5 a 30 nm (de 50 a 100 veces menores que en una emulsión normal) (Lindman y Stilbs; 1985). La polimerización en microemulsión es un proceso novedoso que permite producir polímeros con tamaños de partícula, pesos moleculares y estructuras únicos. Además mediante este proceso es posible sintetizar látex estables con tamaños de partícula del orden de 10 a 35 nm. La polimerización es rápida y se pueden obtener polímeros con elevados pesos moleculares (Rosano y Clausse 1985). Por medio del proceso de síntesis de microemulsiones se pueden producir hidrogeles. Éstos son estructuras entrecruzadas poliméricamente, producidas por la simple reacción de uno o más monómeros o por lazos de asociación, tales como puentes de hidrógeno y las interacciones de las fuerzas de Van der Waals, entre las cadenas (Pepas, 1987). Son una estructura polimérica de carácter hidrófilo que por acción del agua experimenta un hinchamiento sin perder su forma original permaneciendo insoluble ([www.ehu.es/reviberpol/pdf/publicados/goana.pdf](http://www.ehu.es/reviberpol/pdf/publicados/goana.pdf)). Los hidrogeles son capaces de captar grandes cantidades de agua, manteniendo su estructura tridimensional en cantidades que depende de la hidrófilia de los polímeros constituyentes (Álvarez y col., 2004). Los hidrogeles son sistemas que poseen dos características fundamentales: son permeables a solutos de pequeño tamaño y debido a su consistencia y composición son biocompatibles y producen mínima irritación mecánica cuando están en contacto con tejidos y células. Las propiedades físicas de los estos sistemas dependen de numerosos factores: composición, (polímeros, agentes entrecruzantes, otros excipientes), Medio en el que se encuentra (pH, temperatura, fuerza iónica), otros factores como la luz (la intensidad, la longitud de onda), etc. Es por ello que, ajustando la proporción de los componentes ( monómeros, agentes entrecruzantes etc.) es posible ajustar la hidrófilia del sistema (Álvarez y col., 2004).

## Sección Experimental

Como monómeros se utilizó la acrilamida y acrilonitrilo ( 99% de pureza grado reactivo) de Aldrich, N,N' – metilenebisacrilamida como agente entrecruzante, con una pureza de 99% de Aldrich. Como iniciador el 2,2' azobis ( 2-aminodinopropano ) ( V-50 ) adquirido en Wako chemicals. El surfactante utilizado es n-Dodecyltrimethylammonium Bromide ( DTAB) proporcionado por la empresa Trade Mark, (99% puro). Se empleó como medio de reacción agua bidestilada con una conductividad de 1  $\mu$ S.

Para llevar a cabo la síntesis del hidrogel mediante microemulsión directa: Se determinó la zona de microemulsión, variando la concentración de monómeros ( acrilamida y acrilonitrilo, relación 1:1), H<sub>2</sub>O y surfactante. Para establecer la zona donde se presentó la microemulsión en los diagramas de fase se prepararon muestras en ampollitas de 3 ml., seleccionando en un

diagrama de fases y pesando cantidades adecuadas de cada componente. Para evitar pérdidas por evaporación, las ampollitas junto con el contenido se congelaron, una vez congeladas, se sellaron con un mechero, exponiendo las ampollitas a la flama. Las ampollitas cerradas fueron colocadas en baño a temperatura constante de 25°C y 60°C durante 24 horas. Finalmente las muestras fueron examinadas visualmente para determinar si eran transparentes y unifásicas, las muestras que cumplían con estos requisitos fueron consideradas microemulsiones. La Síntesis del hidrogel en microemulsión. La polimerización en microemulsión directa se llevo a cabo en un reactor de 100 ml. Los componentes fueron vertidos en el reactor, el cual, junto con las soluciones, se deposito en un baño maría cuya temperatura fue 50 ° C. para posteriormente aplicarle a la solución gas inerte (gas Argón), evacuando así el oxígeno presente en la solución, todo esto se realizo con agitación constante. Después de durar aproximadamente 20 min. se le agrega el iniciador (V-50 ) ( 1% en peso respecto al monómero ). Posteriormente la reacción se lleva acabo con entrecruzante agregando 1% de N,N' – metilenebisacrilamida. Una vez sintetizado el hidrogel, se pondrá a secar el copolímero en la estufa para remover el agua y obtener el xerogel a peso constante para posteriormente realizar el estudio de espectroscopia de infrarrojo (IR), temperatura de transición vítrea y porcentaje de hinchamiento.

## Resultados y Discusión

Al copolímero sintetizado vía microemulsión directa se le determinan los grupos funcionales. Basándonos en los monómeros utilizados nos podemos dar cuenta de los grupos que teóricamente debemos encontrar : N-H, C-N y grupos carboxilos. En las figura 1, podemos comparar la huella de espectroscopia de infrarrojo del sistema 70% acrilamida y 30% acrilonitrilo con entrecruzante y sin entrecruzante. Donde podemos ver el grupo característico del N-H cuya longitud de onda presenta dos picos 3353.62 y 3199.44  $\text{cm}^{-1}$ . Otro grupo funcional existente es del C-N que se presenta a 1124.35  $\text{cm}^{-1}$  de intensidad débil y es correspondiente a aminas alifáticas. La banda en la región de 2923. 16  $\text{cm}^{-1}$  es característica de los grupos metilo y metileno. Esto grupos presentan el estiramiento asimétrico con intensidad media en una banda de flexión confirmada en 1451.66  $\text{cm}^{-1}$ . Por otra parte, la variación de uno o varios grupos carboxílicos se presenta en la banda de tensión la cual pertenece a un dímero 1620.12  $\text{cm}^{-1}$  y la del polímero a 1665.  $\text{cm}^{-1}$  y por consiguiente se presenta la banda de tensión de enlace a del C-O a 1414.52 y 1323.18  $\text{cm}^{-1}$ . (Schulz et al, 1993).

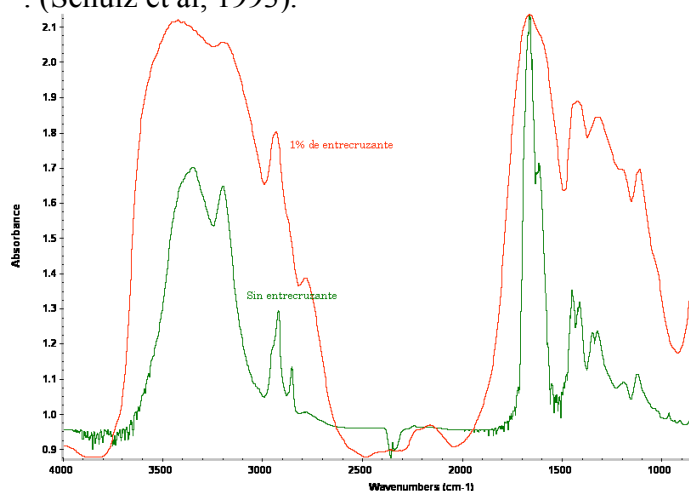


Figura 1. espectro de infrarrojo del sistema Acrilamida / Acrilo nitrilo

El aumento entre los grupos funcionales presentes en el espectro de IR al agregar el N,N' – metilenebisacrilamida con respecto del que no lo tiene. Es debido, a que los grupos funcionales favorecen el entrecruzamiento de los mismos por tal motivo. Se observa el espectro como un aumento en la regiones del copolímero con entrecruzante respecto del que no lo tiene.

La temperatura de transición vítrea fue determinada por un calorímetro Perkin Elmer Pyres 6. Para determinar la Tg se pesaron aproximadamente 6 mg de copolímero con un flujo de calor de 10 °C/min. Con barridos de nitrógeno como gas inerte. La Tg obtenido fue de 106.0 °C. Al obtener una Tg nos damos cuenta que el copolímero obtenido es aleatorio y alternado debido a la existencia de una sola temperatura de transición.

Para la determinación el hinchamiento se prepararon discos, los cuales fueron secados hasta obtener peso constante. Estos presentaban unas dimensiones de aproximadamente 1.22 mm de espesor y 1.7 cm de diámetro. Las mediciones se realizaron con un Pie de Rey. Los discos así preparados, se sumergieron en agua corriente a la temperatura de 25 °C. El estudio se llevó a cabo midiendo el peso en un tiempo determinado. La ganancia de peso del disco debido a la incorporación de líquido era graficada con respecto al tiempo (figura 2.). Durante el proceso de hinchamiento se observó visualmente que las películas de hidrogel de la muestra de 70% acrilamida 30% acrílo-nitrilo permanecían aproximadamente con su espesor original, no siendo así, con su diámetro donde las películas presentan un incremento considerable de sus dimensiones.

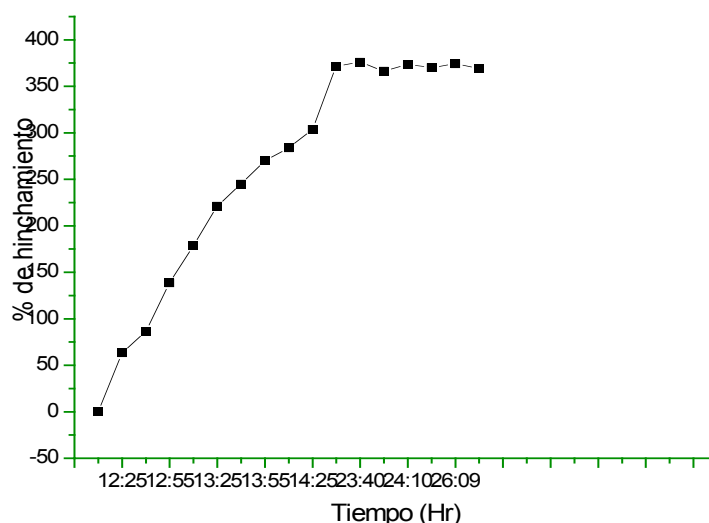


Figura 2. Hinchamiento del sistema de acrilamida /acrilo nitrilo con entrecruzante

## Conclusiones

Se realizó el diagrama de fases del sistema acrilamida /acrilonitrilo. La reacción fue realizada a 50 °C. Se obtuvieron los espectros de infrarrojo del copolímero sintetizado, lo cual nos demuestra, los grupos funcionales que participaron en la reacción. Se obtuvo una Tg a 106.0 °C indicativo que el copolímero obtenido es aleatorio. La cinética de hinchamiento nos demuestra que el copolímero tiene un porcentaje de hinchamiento de 374 % peso durante un tiempo 26 hrs, lo cual es favorable para este sistema.

## Referencias

1. Álvarez A. L., Otero F. J. José Méndez J. B., PhD. Campus Universitario sur. 15782 Santiago de Compostela; 2004.
2. Bourrel. M.; Salager J. L.; Schechter and W. H. Wade W. H.; J. Colloid Interface Sci. (1980) 75:451.
3. Kumar P; Mittal K. L.; "Hand Book of Microemulsion Science and Technology" New York. (1999).
4. Lindman B; Stillbs P. "Microemulsion Structure from Molecular self-Difusion". New. York. (1985).
5. Rosano H. Clausse M.; "micoremsulsion Systems" Ed. Marcel Dekker. 59 Edition. (1985)
6. Treviño M.E, Lopez R.G., Peralta R.D, Becerra F, Mendizábal E, Puig J.E: " , Polymer bulletin (1999). 42, 411-417
7. [www.ehu.es/reviberpol/pdf/publicados/goana.pdf](http://www.ehu.es/reviberpol/pdf/publicados/goana.pdf)