

## SÍNTESIS DE HIDROGELES ACRÍLICOS EN PLACAS SEMI-INFINITAS CON GRADIENTE DE TEMPERATURA. I CAPACIDAD DE HINCHAMIENTO

E. A. Quiroz-Aguilar<sup>a</sup>, M. A. Flores-Hernández<sup>a</sup>, I. Reyes-González<sup>a</sup>, C. F. Jasso-Gastinel<sup>a</sup>,  
\*S. García-Enriquez<sup>b</sup>, \*\*F. Bautista-Rico<sup>c,d</sup>.

*Departamentos de <sup>a</sup> Ingeniería Química, <sup>b</sup> Ingeniería de Proyectos, <sup>c</sup> Física, Universidad de Guadalajara. Guadalajara, Jalisco, México.*

*José Guadalupe Zuno No.48, Los Belenes. C. P. 45100. Zapopan, Jalisco, México.*

*<sup>d</sup> Centro de Enseñanza Técnica Industrial, Guadalajara, Jalisco, México*

*Nueva Escocia 1885, C.P. 44620, Fraccionamiento Providencia, Guadalajara, Jalisco, México.*

*\*[sgarcia@dip.cucei.udg.mx](mailto:sgarcia@dip.cucei.udg.mx) \*\*[fbautista@yahoo.com.mx](mailto:fbautista@yahoo.com.mx)*

**Abstract-** Los hidrogeles son materiales hidrofílicos, que se han utilizado en la agricultura, productos higiénicos, lentes de contacto y otras aplicaciones biológicas. Se ha reportado la síntesis y caracterización de hidrogeles que presentan micro/meso y macroestructura simultáneamente. En este trabajo sintetizamos hidrogeles acrílicos en un reactor de placa-semiinfinita, presentando un gradiente de temperatura a través de la longitud de la placa. Se diseñó el sistema de reacción de tal forma que en uno de los extremos se mantengan temperaturas cercanas a 80 °C y del otro a 0 °C. Logrando cinco zonas con distintos rangos de temperatura. Los hidrogeles se obtuvieron con 36.8 g de acrilamida, 38.2 de ácido acrílico, 75 g de agua, 0.15 ml de Darocur 4265 como fotoiniciador, y se varió de 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0, 16.0 % de diacrilato de glicerol como agente reticulante. Por gravimetría se siguió la cinética de hinchamiento en agua a 25 °C. Los hidrogeles exhibieron micro/meso y macro estructuras simultáneamente. En general se observó que en las muestras de la zona de más baja temperatura el hinchamiento fue menor, aumentando al incrementarse la temperatura.

### Introducción

Los hidrogeles son sistemas formados por una red tridimensional de material polimérico sólido que es capaz de absorber una fase líquida, generalmente agua o una solución acuosa. El líquido se puede difundir tanto hacia dentro de la estructura macromolecular como hacia afuera. Este comportamiento característico sumado a su biocompatibilidad, biodegradabilidad, naturaleza inerte, propiedades mecánicas, resistencia química y térmica, permiten que sean utilizados en diversas aplicaciones científicas e industriales. Este tipo de hidrogeles en los cuales la fase polimérica es hidrofílica y la fase fluida acuosa, ha sido ampliamente estudiado, aún así, todavía no se conoce con todo detalle su estructura a nivel molecular en las diferentes aplicaciones en que pueden ser usados<sup>1</sup>.

Los hidrogeles también son empleados en la fabricación de lentes de contacto<sup>2</sup>, para mantener la humedad de la tierra cultivada<sup>3</sup>, como materiales absorbentes (pañales)<sup>1</sup>, membranas de separación<sup>4</sup>, recubrimientos, productos auxiliares para la industria del papel, como soportes para catalizadores, en cromatografía, como ligantes de productos farmacéuticos<sup>5-7</sup> y en procesamiento de alimentos<sup>8</sup>.

Se han reportado trabajos relacionados con hidrogeles nanoestructurados y microestructurados<sup>9</sup>, con la síntesis y caracterización de hidrogeles de copolímeros de ácido acrílico y acrilamida<sup>10,11</sup>, bajo control térmico e iniciación redox se encontró que pueden presentar microestructura, mesoestructura y macroestructura<sup>12,13</sup>. En este trabajo pretendemos sintetizar

hidrogeles que presenten microestructura, mesoestructura y macroestructura mediante polimerización fotoiniciada, además que contengan un gradiente térmico durante la polimerización.

## Sección Experimental

En la síntesis se utilizaron 36.8 g de acrílamida (97 %, Aldrich), 38.2 g de ácido acrílico (98%, Aldrich), los cuales fueron disueltos en 75 g de agua bidestilada, se ajustó el pH a 7 mediante la adición de una solución de KOH al 47 % en peso. Después se agregó la cantidad necesaria de diacrilato de glicerol (90 % Mexica Industrial) como agente reticulante para lograr la composición deseada, siendo las cantidades de 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0 y 16 % en masa respecto al sistema total. Se utilizó Darocur 4265 como fotoiniciador, con el cual fue preparada una solución de 1 ml en 10 ml de metanol (Aldrich). Se utilizó una lámpara de luz UV modelo VCL 7000-1, 118 voltios, 15 W. La solución resultante se vertió en el reactor y se dejó hasta alcanzar un gradiente térmico, después se polimerizó durante 15 minutos. Se tomaron datos de la temperatura de reacción en intervalos de 1 minuto en los 10 puntos a sensor a lo largo del reactor, con lo cual se obtuvieron cinéticas de reacción en cinco zonas.

El sistema de reacción utilizado consistió en cinco baños isotérmicos con agitación continua, diez termopares dentro del reactor y dos para los baños de los extremos, la separación entre el sistema de reacción y la lámpara de luz UV fue de 8.5 cm (figura 1).

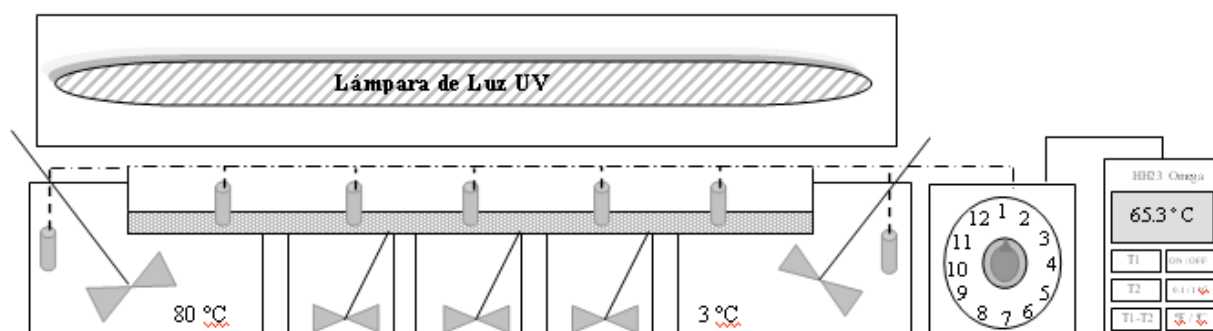


Figura 1 Esquema del sistema de reacción.

Se programó en Excel para crear mallas de comportamiento térmico a través del hidrogel. Con lo cual se definieron cinco zonas con rangos de reacción (0-16, 16-32, 32-48, 48-64 y 64-80 °C), con las zonas establecidas de los hidrogeles obtenidos se tomaron cinco probetas de 0.5 cm por lado cada una, se dejaron secar hasta peso constante, estas fueron lavadas mediante hinchamiento y deshinchamiento para eliminar polímero sin reticular e impurezas presentes. La cinética de hinchamiento fue obtenida por gravimetría hasta alcanzar el equilibrio.

## Resultados y Discusión

Se lograron sintetizar hidrogeles con gradiente de temperatura con rangos desde 3 a 83 °C. En la figura 2 se muestra una imagen de un hidrogel con 1 % de agente reticulante, en el se puede ver como cambia de transparente a opaco de la zona 1 a la zona 5. En la figura 3 se muestra el comportamiento de las cinéticas de reacción para un hidrogel obtenido con 2 % de agente reticulante, en ella se observa como desde el inicio de la reacción se mantenía un gradiente térmico, el cual se conserva durante toda la reacción. Todas las cinéticas de reacción mostraron comportamientos similares. En la figura 4 se muestra el comportamiento de la temperatura en el hidrogel con 2 % de agente reticulante en el punto máximo de temperatura, después de cuatro minutos de iniciada la radiación de luz UV.

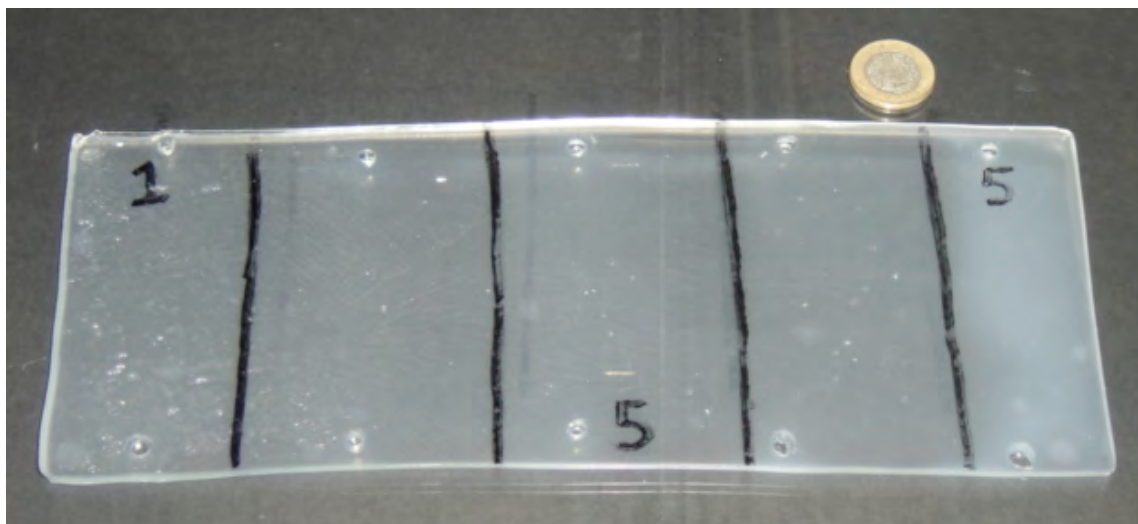


Figura 2 Placa de Hidrogel con 1 % agente reticulante

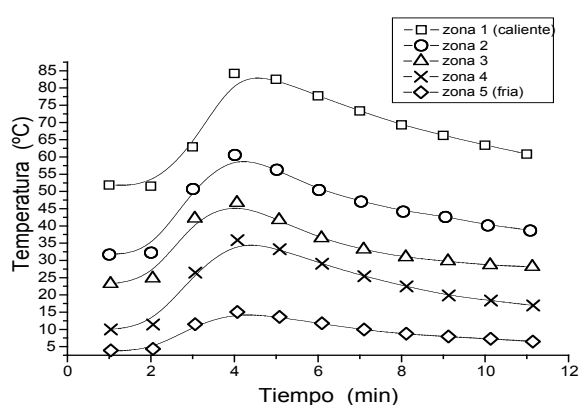


Figura 3 Temperatura de reacción en función del tiempo para un hidrogel con 2 % de agente reticulante

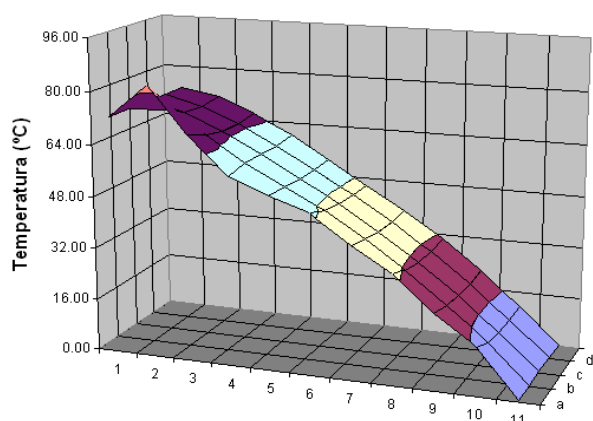


Figura 4 Mapeo de la temperatura en el hidrogel con 2 % agente reticulante a 4 minutos de reacción

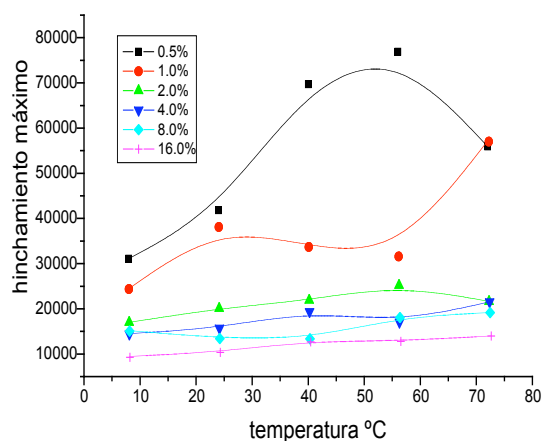


Figura 5 Hinchamiento Máximo en función de la temperatura de síntesis para todas las composiciones ensayadas

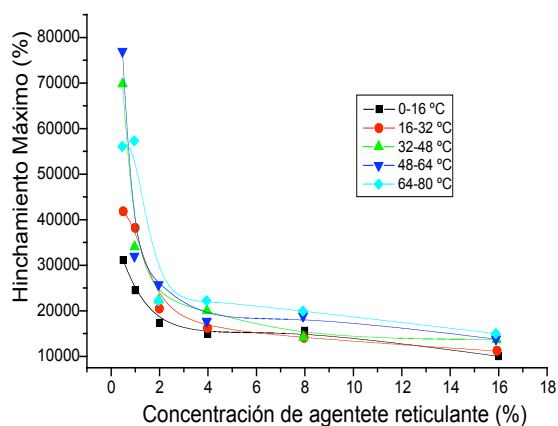


Figura 6 Hinchamiento Máximo en función de la concentración del agente reticulante para todas las composiciones ensayadas

En la Figura 5 y 6 se muestra el comportamiento del hinchamiento máximo de los hidrogeles en función de la temperatura promedio de síntesis y de la cantidad de agente reticulante. En ellas se puede ver en general que a mayor temperatura mayor es la capacidad de hidratación y que a mayor cantidad de agente reticulante menor es cantidad de agua absorbida. Se observa como a partir de una concentración de 2 % de agente reticulante el hinchamiento decrece fuertemente. A bajas concentraciones de agente reticulante y a altas temperaturas de síntesis muestran las mayores capacidades de hinchamiento.

En la figura 7 se presenta una imagen de SEM donde se presenta una fuerte microestructuración. El hidrogel observado es de 2.0 % de agente reticulante de la zona 3. En la figura 8 se muestran imágenes del hidrogel con 2.0 % de agente reticulante, a 60 segundos de hidratación, todos obtenidos con un aumento de 4X. Se puede observar estructuraciones muy sólidas en todas las zonas, las estructuras son más definidas a menor temperatura y menor definición a altas temperaturas. En la figura 9 se muestran imágenes de hidrogeles hidratados a 1 y 3 h donde se comprueba la presencia de macroestructuras.

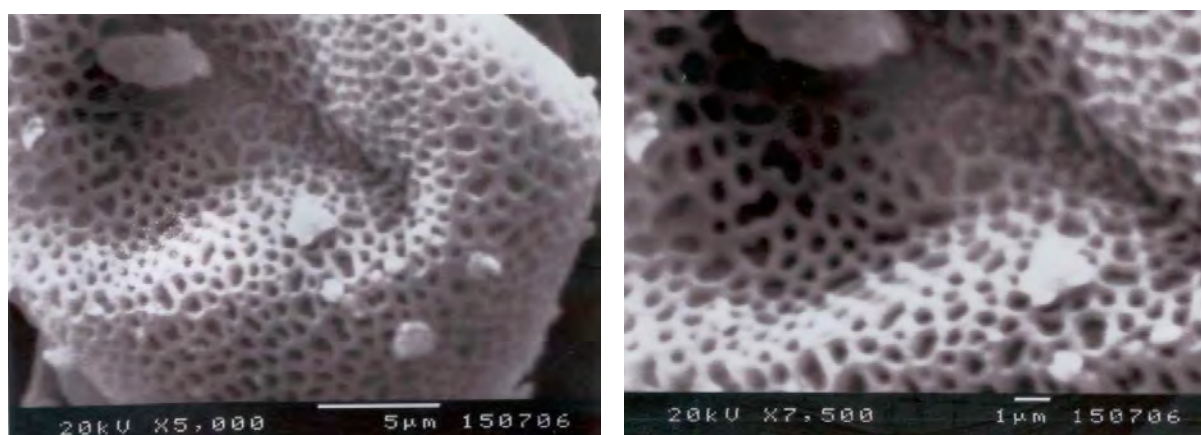


Figura 7 Imágenes de SEM, micrografías de un hidrogel con 2.0 % de agente reticulante, de la zona 3.

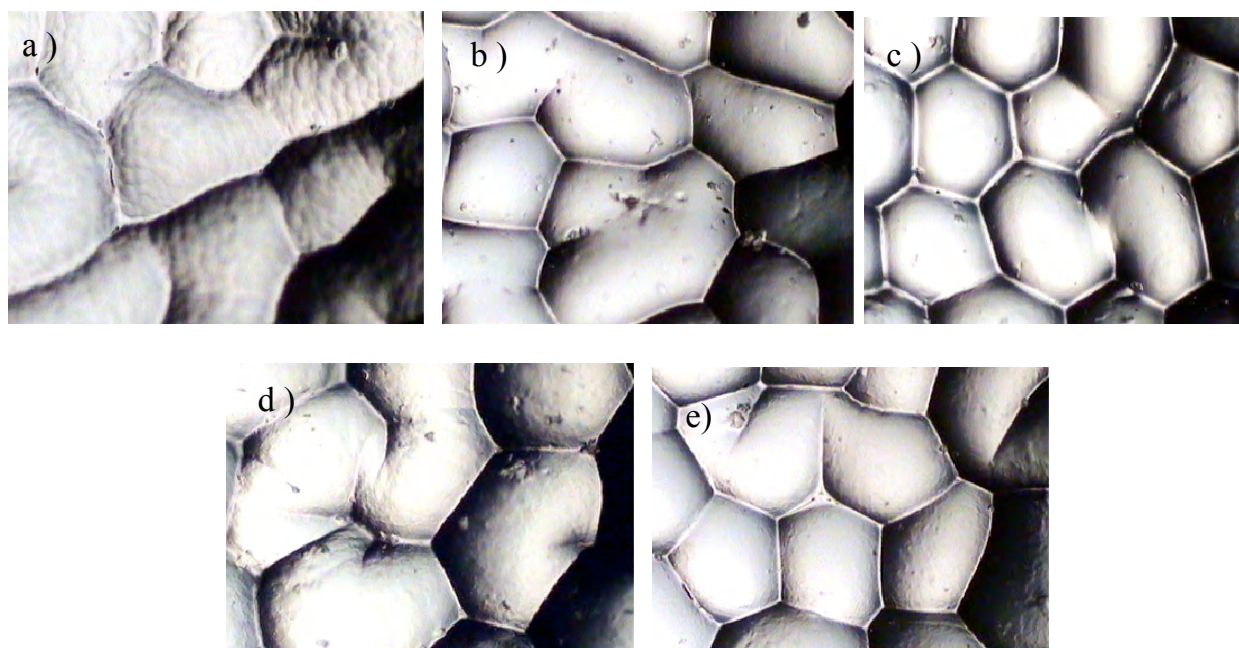


Figura 8 imágenes a 4 X de aumento, de hidrogeles con 2.0 % de agente reticulante de las zonas a) 1, b)2, c)3, d)4, e)5.





Figura 9 Macroestructura de hidrogeles hidratados a: a) 1 h, b) 3 h, c) 8 h. Hidrogel con 8.0 % de agente reticulante de la zona 1 (temperatura 64-80 °C).

## Conclusiones.

Se logró sintetizar hidrogeles que presentaron un gradiente térmico a través de la longitud de la placa y que adicionalmente presentaron micro, meso y macro estructura. La capacidad de absorción de agua depende en gran medida de la temperatura de síntesis. Bajas temperaturas favorecen la estructuración de los hidrogeles.

## Referencias

1. Katime, I. Polymer International. 1996, 40: 281.
2. Peppas, N. A.; Bures, P.; Leobandung, W. and Ichikawa, I. European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics. 2000, 50: 27.
3. Rojas, B.; Aguilera, R.; Prin, J. L.; Cequea, H.; Cumana, J.; Rosales, E. y Ramírez, M. Revista Iberoamericana de Polímeros. 2004, 5 (1): 17.
4. Bahar, I. and Erman, B. Macromolecules. 1986, 20: 1696.
5. T. Bussemer, T.; Peppas, N. A. and Bodmeier, R. European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics. 2003, 56: 261.
6. Colombo, P.; Bettini, R.; Santi, P.; De Ascentiis, A. and Peppas, N. A. Journal controlled release. 1996, 39: 231.
7. Peppas, N. A. and Wrigth, S. L. European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics. 1998, 46: 15.
8. Peppas, N. A. and Brannon, L. Journal of Food Engineering. 1994, 22: 189.
9. Washington RP, Steinbock O, *J. Am. Chem. Soc.* 2001, 123: 7933.
10. R. Jiménez, L. C. López, I. Reyes y S. García. Memorias SLAP 2002.
11. Casillas T., J. E. 2000. Tesis de licenciatura de Ingeniería Química. Universidad de Guadalajara.
12. Jiménez, R.; López, L.; Reyes, I.; Prado, M.; García, S.; Orozco, E. y Bautista, F. 2003. Memorias del XII International Materials Research Congress.
13. García, S.; López, L.; Zepeda, C.; Jiménez, R.; Prado, M.; Reyes, I.; Orozco, E. y Bautista, F. 2004. Memorias del XXV Encuentro Nacional de la AMIDIQ.
14. García, S.; López, L.; Zepeda, C.; Jiménez, R.; Prado, M.; Reyes, I.; Orozco, E. y Bautista, F. Memorias del SLAP-2004.