Regresa al Indice

# Nano y Micropartículas de Hidrogel Superabsorbentes a Base de AAm, AS y MC: Síntesis, Estudio de Comportamiento y Caracterización

R. Sánchez-Orozco[(a)] S.R. Vásquez García[(a)*] N. Flores-Ramírez[(b)]
[(a)] Facultad de Ingeniería Química, Universidad Michoacana (UMSNH)
[(b)] Laboratorio de Investigación en Materiales, CINVESTAV Unidad Querétaro
Ciudad Universitaria, Edificio M, Planta Alta, C.P. 58060. Morelia, Mich.
Tel. (443) 327-35-84, ext. 112. Fax. (443) 3-27-35-84. E-Mail. rvgarcia@zeus.umich.mx

**Resumen**

En el presente trabajo se evalúa el proceso para la obtención de un hidrogel superabsorbente mediante la técnica de polimerización en emulsión inversa a base de monómeros de acrilamida (AAm) y acrilato de sodio (AS), agregándose en la reacción de copolimerización *in situ*, metilcelulosa (MC) con la finalidad de incrementar la absorción de agua. El material obtenido fue caracterizado por diversas técnicas como FT-IR, DSC, SEM y Difracción de rayos X (RX) para evaluar el proceso de síntesis.

## I. Introducción

En los últimos años, los hidrogeles han llegado a ser un componente importante en el desarrollo de nuevas aplicaciones en campo de la agricultura, ingeniería eléctrica y telecomunicaciones [1,2], entre otras. Sin embargo, la aplicación de mayor interés, es su empleo en la medicina como un sistema de liberación controlada de fármacos [3,4]. Así, dada la potencialidad de los hidrogeles, en el presente trabajo de investigación se pretende obtener un hidrogel superabsorbente mediante la técnica de polimerización en emulsión inversa a base de monómeros de acrilamida (AAm) y acrilato de sodio (AS) empleando persulfato de amonio (APS) y N,N,N',N',-tetrametiletilendiamina (TEMED) como agente iniciador y acelerador respectivamente. Utilizando al dimetilacrilato de etilen glicol (EGDMA) como reticulante multifuncional y a la metilcelulosa (MC). El propósito fue determinar la importancia de los factores del proceso para propiciar una mayor capacidad de absorción de agua en el copolímero.
Para el reconocimiento del material polimérico obtenido, en este estudio se emplearon las técnicas de caracterización a nuestro alcance para validar el proceso de síntesis empleado.

## II. Metodología

El hidrogel es preparado por copolimerización vía radicales libres, mediante el proceso de polimerización por emulsión inversa[5,6], empleando al lauril sulfato de sodio (LSS) AAm, AS, , APS, TEMED, EGDMA y MC en grado reactivo y sin tratamiento previo alguno.
La reacción procedió en un reactor con agitador de aspas, provisto de un condensador y termómetro. Inicialmente el LSS y MC son dispersados en una fase continua de n-hexano, manteniendo una agitación constante de 300 rpm. Posteriormente son añadidos 15 mL de una solución acuosa conteniendo 5g de AAm. Enseguida se adicionan 400 mg de SA, 1.25 mL de EGDMA al 1%, 1.0 mL de APS (5 g/100 mL de agua) y finalmente 1.25 mL de TEMED al 1%. Para cuantificar el avance de la reacción, La reacción es detenida al congelar la muestra y posteriormente disolverla en hidroquinona. Posteriormente se removió el surfactante, dispersando la muestra en una mezcla de metanol-tolueno con una relación 7:3 respectivamente . Posteriormente al agregarle un

exceso de metanol, el polímero se precipita obteniéndose partículas de hidrogel, las cuáles fueron filtradas y secadas a temperatura constante de 60 ºC durante 24 horas.

| Reactivo | Proceso por emulsión inversa | | | | En masa |
|---|---|---|---|---|---|
| | COP-1 | COP-2 | COP-3 | COP-4 | COP-5 |
| **AAm** | 5 g | 5 g | 5 g | 5 g | 5 g |
| **Agua** | 15 g | 15 g | 15 g | 15 g | 10 g |
| **AS** | 0.4 g | 0.4 g | 0.4 g | 0.4 g | 0.4 g |
| **EGDMA** | 1.25 mL | 1.25 mL | 1.5 mL | 1.0 mL | 1.25 mL |
| **APS** | 1.0 mL | 1.0 mL | 1.0 mL | 1.0 mL | 1.0 mL |
| **TEMED** | 1.25 mL | 1.25 mL | 1.25 mL | 1.25 mL | 1.25 mL |
| **Hexano** | 50 mL | 50 mL | 50 mL | 50 mL | 0 mL |
| **Surfactante** | 0.4 g | 0.4 g | 0.4 g | 0.4 g | 0.4 g |
| **Metil Celulosa** | 0.04 g | 0.06 g | 0.08 g | 0.08 g | 0 g |

Tabla 1. Valores de relación en peso de los reactantes empleados para la obtención del hidrogel.

## III. Resultados y discusiones

De acuerdo a la metodología establecida, se obtuvo un hidrogel, que después del proceso de secado presentaron un aspecto de partículas sólidas aglomeradas transparente y adheridas al fondo del sustrato de (vidrio). Una vez hinchados, los hidrogeles mantiene su forma y no son pegajosos, como si lo es un copolímero húmedo sin entrecruzamiento, lo que sugiere que no hay presencia de cadenas de polímero libres.

El mayor grado de absorción se obtuvo en el COP-4, con concentraciones de 1.0 mL de EGDMA y 0.08 g de MC, alcanzándose una capacidad de absorción de 1171.65 %, con una desorción de agua controlada. Si bien, la absorción es menor a la de los hidrogeles sintetizados en masa o en solución, si son favorables, considerando que existe una concentración de ≈ 4 %wt de surfactante, y el cual entorpece el proceso de absorción por generar un recubrimiento hidrofóbico sobre la superficie de las partículas obtenidas.

Para el reconocimiento del material polimérico obtenido, en este estudio se emplearon las técnicas de caracterización a nuestro alcance para validar el proceso de síntesis empleado.

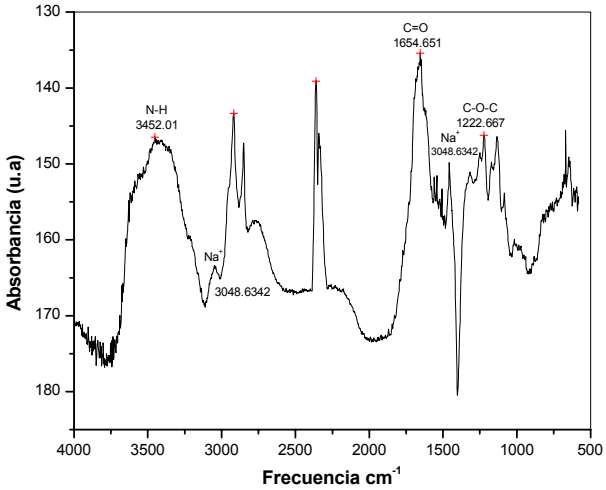



Figura 1. FT-IR típico de un copolímero a base de AAm y AS.

Regresa al Indice

El análisis estructural mediante el empleo del (FT-IR) permitió caracterizar funcionalmente las moléculas que integran al copolímero. De esta forma se determinaron las señales características de absorción del poli(AAm-AS); del –NH a 3452.01 $cm^{-1}$, del $Na^{+}$ a 3034.643 $cm^{-1}$, del C-O-C a 1222.667 $cm^{-1}$, la banda de absorción con gran intensidad del C=O en la posición de 1654.651 $cm^{-1}$ y en la región de 1457.944 es posible la identificación del R-$SO_4$. Los resultados obtenidos elucidan los cambios estructurales llevados a cabo en el proceso de polimerización.

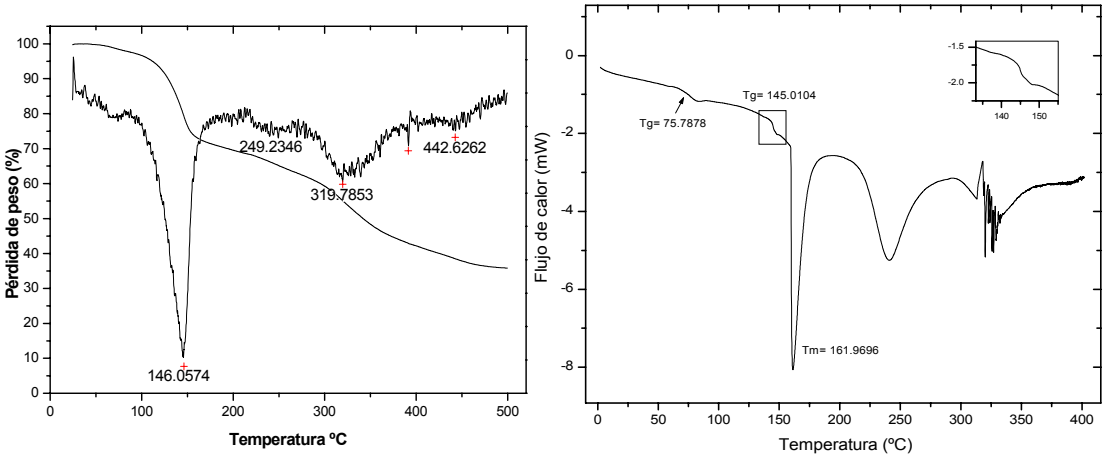
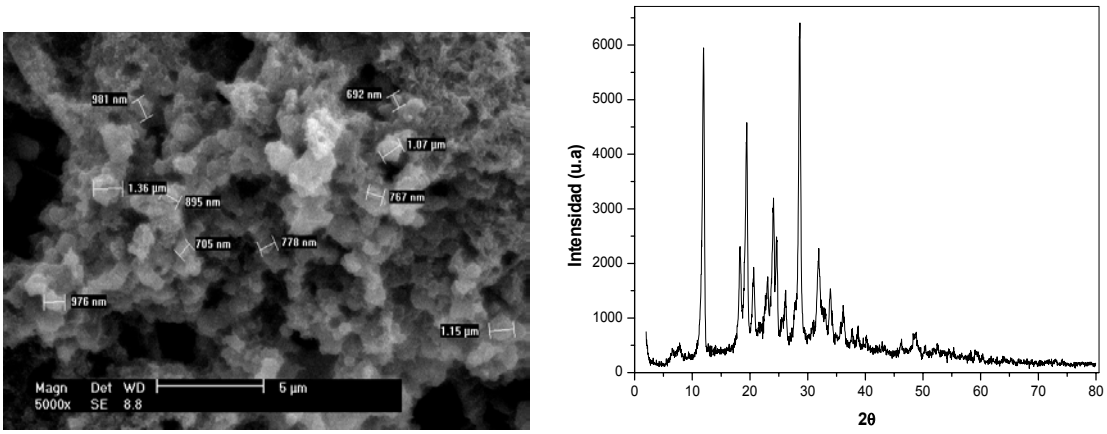



Fig. 2 (a) Termograma del copolímero poli(AAm-AS), (b) Análisis térmico mediante DSC correspondiente a poli(AAm-AS).

La Fig. 2 (a), corresponde a la curva de descomposición térmica por TGA y la derivada de la misma. El primer pico se atribuye a la pérdida de humedad y MC a 146.0 ºC, mientras que a 249.2 ºC se tiene la pérdida de peso por degradación parcial del Poli(AS) y a 319.7 ºC la degradación total de los segmentos restantes del Poli(AS). Finalmente a 442.6 ºC se tiene la pérdida de peso por degradación del Poli(AS). De esta manera se obtienen datos correlacionados con patrones de descomposición característicos.
El copolímero de poli (AAm-AS) con MC analizados por DSC (Fig. 2b) presenta un punto de fusión característico a 161.9 ºC, las Tg's se detectaron a 75.7 ºC y 145.0ºC para el poli(AAm-AS) y MC respectivamente, lo cual indica la presencia de los copolímeros en la red orgánica.




(a) (b)

Fig. 3. (a) Imagen de las micropartículas sintetizadas por polimerización en emulsión inversa, ampliación 5000x. (b) Difractograma de rayos X del copolímero.

Regresa al Indice

Mediante el análisis superficial por SEM (Fig. 3a) se demuestra que el producto obtenido son partículas homogéneas de hidrogel, con un tamaño de nivel nano y micrométrico de entre 692 nm y 1.360 μm, con 1.0 mL de agente entrecruzante EGDMA y 0.08 g de MC. Lo cual permite tener una máxima absorción en relación a su área superficial.
Mediante el difractograma de rayos X (Fig. 3b) es posible confirmar que el copolímero es un material constituido por fases cristalinas embebido en una matriz amorfa, debido a la presencia de picos de alta intensidad y líneas de difracción difusas.

## IV. Conclusiones

Como resultado de las evaluaciones llevadas a cabo, se concluye que: 1). Se obtuvo un hidrogel con dimensiones mínimas que no requieren un pulverizado posterior (SEM), 2). El FT-IR, fue una buena herramienta para advertir los cambios estructurales llevados a cabo después del proceso de polimerización, 3). Las mediciones llevadas a cabo por RX y DSC, permitieron apreciar el estado cristalino que guarda los hidrogeles obtenidos, 4). Las velocidades de hidratación de los hidrogeles fue menor a la que presenta los sintetizados en masa (pulverizado), este caso es adverso al que se esperaba por la dimensión de las partículas. Sin embargo es justificable al igual que en el caso anterior por la presencia surfactante, 5). Mediante las técnicas de caracterización empleadas se permitió validar el proceso de síntesis, de esta manera fue posible confirmar la identidad estructural y morfológica del copolímero obtenido.

## V. Referencias

[1] Doo-Won L., Kyong-Geun S., Kee-Jong Y., Sohk-Won K., Synthesis of Acrylic Acid-Based Superabsorbent Interpenetrated with Sodium PVA Sulfate Using Inverse-Emulsion Polymerization, *Eur Polym J*, 2002, Vol. 38, 580.
[2] Erdener K. y Dursun S., Swelling of Superabsorbent Acrilamide/Sodium Acrylate Hydrogels Prepared Using Multifuncional Crosslinkers, *Turk J Chem*, 2002, Vol 26, 863.
[3] Hoffman A., Hydrogels for Biomedical Applications, *Adv Drug Delivery Rev, 2002*, Vol 43,3-6.
[4] K. Mohana R., y M. Padmanabha R., Síntesis and Swelling Properties of Superabsorbents Copolymers, *Adv Polym Tech*, 2001, Vol. 20, No. 2, 146-147.
[5] Leo-Wang Ch., Bin-Zw Y., Mei-Lin W., Synthesis of Microgel in Inverse Emulsion Polymerization of Acrilamide, *Prog Org Coat*, 1997,Vol. 31, 393-398.
[6] Ohgun S. y Dukjoon K., Teorical and Experimental of the Swelling Behavior of Sodium Polyacrylate Superabsorbent Particles, *J Appl Polym Sci*, 2002, Vol. 87, 253.