

DESARROLLO DE UNA PROPUESTA PARA LA OBTENCIÓN DE HIDROGELES

CAMILA MARÍA ESPINOSA ENSUNCHO
LORENA DE LOS ÁNGELES JIMÉNEZ ÁLVAREZ

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERIAS
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C.
2016

DESARROLLO DE UNA PROPUESTA PARA LA OBTENCIÓN DE HIDROGELES

CAMILA MARÍA ESPINOSA ENSUNCHO
LORENA DE LOS ÁNGELES JIMÉNEZ ÁLVAREZ

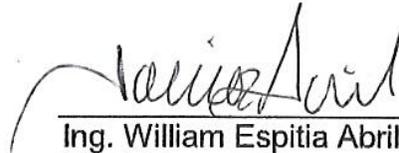
Proyecto integral de grado para optar el título de
INGENIERO QUÍMICO

Director
Jorge Ernesto Arias Rojas
Ingeniero Químico

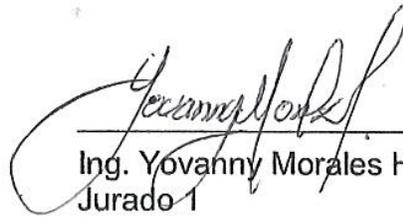
Asesor
William Javier Espitia
Ingeniero Químico

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERIAS
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C.
2016

Nota de aceptación



Ing. William Espitia Abril
Presidente del Jurado



Ing. Yovanny Morales Hernández
Jurado 1

David Triviño R.

Ing. David Triviño Rodríguez
Jurado 2

Bogotá D.C., Julio de 2016

DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. JAIME POSADA DÍAZ

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos.

Dr. LUIS JAIME POSADA GARCÍA-PEÑA

Vicerrectora Académica y de Posgrados

Dra. ANA JOSEFA HERRERA VARGAS

Secretario General

Dr. JUAN CARLOS POSADA GARCÍA-PEÑA

Decano Facultad de Ingeniería

Ing. JULIO CESAR FUENTES ARISMENDI

Director Programa Ingeniería

Ing. LEONARDO DE JESÚS HERRERA GUTIÉRREZ

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

A mi madre, quien confió en mí y es mi ejemplo a seguir, a ella que con su amor y apoyo me colmó de fuerzas para culminar este proyecto. A mi padre que me apoyo siempre en mis estudios. A Lupe y mi abuela que con sus oraciones y apoyo me motivaron a seguir adelante y a culminar esta etapa de mi vida. A la empresa Preflex S.A, por permitir realizar este proyecto y brindar todas las herramientas.

A Dios por haberme permitido llegar hasta este punto, siendo él quien guía mi camino, permitiéndome así lograr mis objetivos. A mis padres por ser mi mayor motivación y ejemplo de vida, son ellos la razón por la cual lucho cada día para alcanzar mis metas, su apoyo incondicional, perseverancia y constancia para conseguir lo que se quiere, han hecho de mí, una persona persistente y decidida. A mis hermanos y amigos quienes aportaron un poco de su tiempo y conocimiento para la culminación del proyecto.

CONTENIDO

| | pág. |
|---|------|
| RESUMEN | 17 |
| INTRODUCCIÓN | 18 |
| OBJETIVOS | 19 |
| 1. MARCO TEÓRICO | 20 |
| 1.1 POLÍMEROS | 20 |
| 1.2 HIDROGELES | 20 |
| 1.2.1 Hidrogel comercial 1 | 21 |
| 1.2.2 Hidrogel comercial 2 | 21 |
| 1.3 SÍNTESIS DE LOS HIDROGELES | 21 |
| 1.3.1 Síntesis por vía química | 22 |
| 1.3.2 Polimerización en suspensión | 22 |
| 1.3.2.1 Monómeros | 22 |
| 1.4 VARIABLES QUE AFECTAN LA ABSORCIÓN EN UN HIDROGEL | 23 |
| 1.4.1 Influencia de la temperatura | 24 |
| 1.4.2 Influencia del pH | 24 |
| 1.4.3 Influencia del grado de entrecruzamiento o gelación | 24 |
| 2. MATERIALES Y METODOLOGÍA | 25 |
| 2.1 MATERIALES | 25 |
| 2.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS HIDROGELES COMERCIALES | 25 |
| 2.2.1 Características físicas de los hidrogeles comerciales | 25 |
| 2.2.2 Tiempo de saturación y capacidad de absorción | 27 |
| 2.2.2.1 Capacidad de absorción en cambios de pH | 28 |
| 2.2.3 Técnica de secado para determinar la capacidad de desorción | 28 |
| 2.3 OBTENCIÓN DE HIDROGEL A NIVEL LABORATORIO | 29 |
| 2.3.1 Materiales | 29 |
| 2.3.2 Metodología para la obtención de hidrogel a nivel laboratorio | 29 |
| 2.3.3 Caracterización de los hidrogeles obtenidos a nivel laboratorio | 33 |
| 2.3.3.1 Características físicas de partícula | 33 |
| 2.3.3.2 Análisis de espectroscopia infrarroja | 33 |
| 2.3.3.3 Tiempo de saturación y capacidad de absorción | 33 |
| 2.3.3.4 Técnica de secado para determinar la capacidad de desorción | 33 |
| 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN | 34 |
| 3.1 CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DE LOS HIDROGELES COMERCIALES | 34 |
| 3.2 TIEMPO DE SATURACIÓN Y CAPACIDAD DE ABSORCIÓN | 36 |
| 3.2.1 Cambios de la capacidad de absorción en cambios de pH | 37 |
| 3.3 CAPACIDAD DE DESORCIÓN | 38 |

| | | |
|---------|---|----|
| 3.4 | OBTENCIÓN DE HIDROGEL A NIVEL LABORATORIO | 39 |
| 3.4.1 | Caracterización de los hidrogeles | 40 |
| 3.4.1.1 | Características físicas de la partícula | 40 |
| 3.4.1.2 | Análisis de espectroscopia infrarroja | 43 |
| 3.4.1.3 | Tiempo de saturación y capacidad de absorción | 45 |
| 3.4.1.4 | Técnica de secado para determinar la capacidad de desorción | 47 |
| 4. | OPERACIONES UNITARIAS | 48 |
| 4.1 | FASES DEL PROCESO | 48 |
| 4.1.1 | Mezclado | 50 |
| 4.1.2 | Gelificación | 52 |
| 4.1.3 | Filtración | 53 |
| 4.1.4 | Lavado | 53 |
| 4.1.5 | Separación | 54 |
| 4.1.6 | Secado | 57 |
| 5. | ANÁLISIS DE COSTOS | 58 |
| 5.1 | MATERIAS PRIMAS | 58 |
| 5.2 | MANO DE OBRA | 59 |
| 5.3 | COSTOS INDIRECTOS | 59 |
| 6. | CONCLUSIONES | 61 |
| 7. | RECOMENDACIONES | 63 |
| | BIBLIOGRAFÍA | 64 |
| | ANEXOS | 72 |

LISTA DE FIGURAS

| | pág. |
|---|------|
| Figura 1. Forma estructural del ácido acrílico | 22 |
| Figura 2. Ión carboxilato | 22 |
| Figura 3. Forma estructural de la acrilamida | 23 |
| Figura 4. Cambio de la estructura de los hidrogeles. | 23 |
| Figura 5. Tamaño de partículas de los hidrogeles comerciales 1 y 2 de izquierda a derecha. | 26 |
| Figura 6. Representación del proceso de retención de agua de un xerogel. | 27 |
| Figura 7. Hidrogeles en exceso de agua. | 27 |
| Figura 8. Montaje de técnica de secado 2. | 29 |
| Figura 9. Montaje | 31 |
| Figura 10. Diagrama de flujo de la polimerización en suspensión. | 32 |
| Figura 11. Xerogel comercial 1 | 35 |
| Figura 12. Xerogel comercial 2 | 36 |
| Figura 13. Polímero absorbente P(Am-co-AAc)90 | 40 |
| Figura 14. Micrografía de la partícula de P(Am), a 2mm (izq.) y 500 μ m (der.) | 41 |
| Figura 15. Micrografía de la partícula de P(Am-co-AAc)90 | 41 |
| Figura 16. Micrografía de la partícula de P(Am-co-AAc)80 | 42 |
| Figura 17. Micrografía de la partícula de P(Am-co-AAc)70 | 42 |
| Figura 18. Micrografía de la partícula de P(Am-co-AAc)60 | 43 |
| Figura 19. Espectro infrarrojo del P(Am) | 43 |
| Figura 20. Espectro infrarrojo de P(Am-co-AAc)90 | 44 |
| Figura 21. Espectro infrarrojo de P(Am-co-AAc)80 | 44 |
| Figura 22. Espectro infrarrojo de P(Am-co-AAc)70 | 45 |
| Figura 23. Espectro infrarrojo de P(Am-co-AAc)60 | 45 |
| Figura 24. Diagrama de bloques | 48 |
| Figura 25. Diagrama para la obtención de hidrogeles mediante la técnica de polimerización en suspensión | 49 |
| Figura 26. Función de potencia (\emptyset) frente a Número de Reynolds para agitadores de hélice de tres palas. | 51 |
| Figura 27. Unión de un polímero a través de puentes de hidrógeno. | 52 |
| Figura 28. Copolimerización de acrilamida y ácido acrílico | 53 |
| Figura 29. Diagrama ternario acrilamida - ácido acrílico - metanol | 53 |
| Figura 30. Diagrama T-xy ácido acrílico - acrilamida | 54 |
| Figura 31. Diagrama T-xy ácido acrílico - agua | 54 |
| Figura 32. Diagrama T-xy acrilamida - agua | 55 |
| Figura 33. Diagrama T-xy ácido acrílico - tolueno | 55 |
| Figura 34. Diagrama T-xy acrilamida - tolueno | 55 |
| Figura 35. Diagrama T-xy ácido acrílico - metanol | 55 |
| Figura 36. Diagrama T-xy acrilamida - metanol | 56 |
| Figura 37. Curva residual para la mezcla ácido acrílico - acrilamida - tolueno | 56 |
| Figura 38. Curva residual para la mezcla ácido acrílico - acrilamida - agua | 56 |
| Figura 39. Curva residual para la mezcla ácido acrílico - acrilamida - metanol | 57 |

LISTA DE TABLAS

| | pág. |
|---|------|
| Tabla 1. Masa, densidad y viscosidad de la mezcla de monómeros y agente entrecruzante. | 30 |
| Tabla 2. Datos de las polimerizaciones realizadas a nivel laboratorio. | 32 |
| Tabla 3. Media aritmética y desviación estándar de los datos. | 34 |
| Tabla 4. Masa y densidad de cada partícula. | 35 |
| Tabla 5. Datos experimentales primera técnica de secado para hidrogeles comerciales | 39 |
| Tabla 6. Datos experimentales segunda técnica de secado para los hidrogeles comerciales | 39 |
| Tabla 7. Media aritmética y desviación estándar de los datos | 40 |
| Tabla 8. Masa y densidad de partículas | 40 |
| Tabla 9. Capacidad de absorción de los hidrogeles obtenidos a nivel laboratorio | 46 |
| Tabla 10. Datos de la técnica de secado 2 para P(Am-co-AAc)90 | 47 |
| Tabla 11. Datos necesarios para calcular la potencia | 50 |
| Tabla 12. Recirculación del tolueno en el proceso. | 58 |
| Tabla 13. Costo de materias primas | 58 |
| Tabla 14. Costo de energía | 59 |
| Tabla 15. Costo total para la obtención de hidrogel a nivel laboratorio. | 60 |

LISTA DE GRÁFICAS

| | pág. |
|---|------|
| Gráfica 1. Relación de tiempo con la capacidad de absorción de los hidrogeles comerciales | 37 |
| Gráfica 2. Cambios de pH ácidos en hidrogeles comerciales | 38 |
| Gráfica 3. Cambios de pH básicos en hidrogeles comerciales | 38 |
| Gráfica 4. Capacidad de absorción de los hidrogeles obtenidos a nivel laboratorio | 46 |
| Gráfica 5. Comparación tiempo de saturación y capacidad de absorción de hidrogeles comerciales y P(Am-co-AAc)90 | 47 |

LISTA DE ECUACIONES

| | pág. |
|--|------|
| Ecuación 1. Ecuación semiempírica para determinar el tamaño de partícula | 25 |
| Ecuación 2. Longitud equivalente | 34 |
| Ecuación 3. Longitud equivalente de un cilindro | 34 |
| Ecuación 4. Longitud equivalente de una esfera | 34 |
| Ecuación 5. Relación de retención de agua por masa seca de hidrogel | 36 |
| Ecuación 6. Número de Reynolds de mezclado | 50 |
| Ecuación 7. Número de Froude | 51 |
| Ecuación 8. Ecuación de la función de potencia | 51 |
| Ecuación 9. Ecuación para hallar m | 51 |

LISTA DE ANEXOS

| | pág. |
|---|------|
| Anexo A. Tabla de datos experimentales para hallar la longitud equivalente promedio de los hidrogeles comerciales 1. | 69 |
| Anexo B. Tabla de datos experimentales para hallar la longitud equivalente promedio para los hidrogeles comerciales 2. | 70 |
| Anexo C. Tabla de datos experimentales en diferentes tiempos para los hidrogeles comerciales. | 71 |
| Anexo D. Tabla de datos experimentales de la retención de humedad presente en el aire en los hidrogeles. | 72 |
| Anexo E. Tabla de datos experimentales para hallar la capacidad de absorción en agua a cambios de pH en los hidrogeles comerciales. | 73 |
| Anexo F. Tabla de los datos experimentales para hallar la longitud equivalente promedio del hidrogel P(Am). | 74 |
| Anexo G. Tabla de los datos experimentales para hallar la longitud equivalente promedio del hidrogel P(Am-co-AAc)90. | 75 |
| Anexo H. Tabla de los datos experimentales para hallar la longitud equivalente promedio del hidrogel P(Am-co-AAc)80. | 76 |
| Anexo I. Tabla de los datos experimentales para hallar la longitud equivalente promedio del hidrogel P(Am-co-AAc)70. | 77 |
| Anexo J. Tabla de los datos experimentales para hallar la longitud equivalente promedio del hidrogel P(Am-co-AAc)60. | 78 |
| Anexo K. Tabla de datos experimentales de la retención de agua en los xerogeles obtenidos a nivel laboratorio. | 79 |
| Anexo L. Tabla de datos de las capacidades de absorción en diferentes tiempos de los hidrogeles obtenidos a nivel laboratorio. | 80 |

ABREVIATURAS

A: Capacidad de absorción

AAc: Ácido acrílico

Am: Acrilamida

HC: Hidrogel comercial

HRA: Hidrogel con retención de agua

PSA: Persulfato de amonio

P(Am): Poliacrilamida

P(Am-co-AAc): Poli acrilamida co ácido acrílico

U: Úlceras

GLOSARIO

ABSORCIÓN: es la atracción de un fluido sobre el seno de un cuerpo sólido con el que está en contacto de modo que las moléculas de este penetren en aquella.

AGENTE ENTRECruzANTE: son materiales que forman puentes de unión entre las moléculas poliméricas.

CAPADIDAD DE ABSORCIÓN: relación entre el volumen máximo de agua que puede contener un medio, y su volumen total.

ENTRECruzAMIENTO: proceso en el cual las cadenas poliméricas están química o físicamente unidas, lo cual hace que estos materiales sean estables térmicamente, rígidos e insolubles.

HIDROGEL: gel que contiene agua.

GEL: sistema coloidal de aspecto sólido que fluye al someterlo a esfuerzos relativamente bajos.

GRAVIMETRÍA: método analítico cuantitativo para determinar la cantidad de agua presente en el hidrogel, midiendo su peso.

INICIADOR: sustancia que es usada para favorecer el comienzo de la polimerización, la cual generalmente se consume en la reacción.

MONÓMEROS: son moléculas simples de bajo peso molecular, que pueden unirse entre sí por medio de enlaces químicos, para así formar macromoléculas denominadas polímeros.

POLIMERIZACIÓN: proceso mediante el cual, los monómeros reaccionan químicamente para formar otras moléculas de peso doble, triple, etc.

ÚLCERAS: irregularidad de la partícula que aumenta el área superficial.

RESUMEN

Mediante varias técnicas de caracterización, fueron evaluadas las propiedades de los hidrogeles comerciales y de los obtenidos a nivel laboratorio, como su capacidad de absorción, con el fin de obtener un resultado cuantitativo y cualitativo para comparar y evaluar la factibilidad de los hidrogeles nuevos.

Para la obtención de los hidrogeles a nivel laboratorio fueron usados como monómeros la acrilamida y el ácido acrílico, en diferentes proporciones, un agente entrecruzante que permitió enlazar grupos funcionales para formar una red espacial polimérica, persulfato de amonio como un iniciador de la reacción y un solvente orgánico, tolueno; dichos reactivos fueron mezclados en el proceso, usando una técnica de polimerización en suspensión y finalmente fueron obtenidos los hidrogeles sólidos con forma irregular.

Se determinó la formulación del hidrogel con mayor capacidad de absorción y fue realizada una propuesta de operaciones unitarias con los posibles equipos necesarios para obtener el polímero absorbente.

Palabras claves: absorción, acrilamida, ácido acrílico, hidrogeles.

INTRODUCCIÓN

Los hidrogeles a evaluar son materiales poliméricos absorbentes de agua; son sólidos granulares caracterizados por tener una estructura tridimensional entrecruzada de cadenas flexibles, es por esto que se han convertido en el objeto de estudio para muchas aplicaciones científicas y tecnológicas. En el área de la agricultura usualmente se emplean hidrogeles con alta proporción de acrilamida con el fin de evitar la reducción en la absorción, conservación de los nutrientes del agua; los convierte en reservorios que mejoran los procesos de cultivo aumentando su eficiencia, disminuyendo costos y aminorando las pérdidas.

Los hidrogeles poseen mayor área superficial que la misma cantidad de monómero polimerizada en masa, lo cual ofrece ventajas de interacción con el medio bien sea para absorber agua; sin embargo, su obtención depende de una serie de condiciones específicas que, de no ser apropiadas, pueden no reaccionar adecuadamente y precipitar la polimerización en masa, la síntesis comprende un proceso de polimerización cuya técnica a emplear depende del tipo de hidrogel a obtener y de su posterior aplicación.

Dentro de los métodos de obtención es posible encontrar la polimerización en suspensión cuyo objetivo es mejorar los parámetros de reacción y obtener un polímero más homogéneo que el presentado en otras técnicas de polimerización en masa, de esta manera el polímero brinda una mayor área superficial de contacto con el medio y una liberación en todas las dimensiones.

En este trabajo, fueron determinadas las características de hidrogeles con diferentes composiciones de monómeros, evaluando la factibilidad técnica de la producción de estos en la empresa Preflex S.A.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Desarrollar una propuesta para la obtención de hidrogeles evaluando la factibilidad técnica en la empresa Preflex S.A.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar las características de los hidrogeles comerciales usados en agricultura.
- Evaluar el método de polimerización en suspensión para la obtención de hidrogeles.
- Proponer las operaciones unitarias necesarias para la obtención de hidrogeles.
- Realizar un análisis de costos de producción de hidrogeles.

1. MARCO TEÓRICO

Desde 1978 los hidrogeles han sido utilizados en productos de higiene personal y pañales para bebés, el consumo de éstos ha ido incrementando exponencialmente y así mismo el interés por los hidrogeles que experimentan cambios de volumen al realizar variaciones en las condiciones del medio que los rodea¹. Convencionalmente los hidrogeles son obtenidos mediante una copolimerización en función de la concentración y del tipo de monómero².

1.1 POLÍMEROS

Un polímero es una molécula con alto peso molecular, la cual cuenta con la presencia de unidades estructurales, conocidas como monómeros. En algunos casos los monómeros son capaces de enlazarse con otros en más de dos lados, permitiendo así que sean agregadas ramas de otras moléculas³, esto es conocido como entrecruzamiento.

1.2 HIDROGELES

Un hidrogel o hidroretenedor es un polímero entrecruzado capaz de absorber y retener agua, en su estado seco es llamado "xerogel" el cual es un material cristalino y poroso; su hinchamiento es generado al tener contacto con soluciones acuosas, formando así un material blando y elástico. Los hidrogeles son caracterizados por los grupos funcionales que contiene (-OH, -COOH, -CONH₂, -CONR y -SO₃H) y su solubilidad en agua está determinada por la estructura tridimensional que es formada por el entrecruzamiento químico o físico de los copolímeros hidrófilos⁴.

Los hidrogeles por su capacidad de absorción tienen aplicaciones en productos higiénicos⁵, deshidratación de carbón, nieve artificial, aditivos, industria farmacéutica, e industria bioquímica.⁶

¹ Orlando Misael López Jiménez, "Efecto de un enraizador y un hidrogel sobre el suelo y la producción de trigo, en Poncitlán, Jalisco" Tesis Profesional, México 2007

² Haidetty Josefina Villarroel Betancourt, "Estudio de los polímeros hidrogeles sintetizados a partir de acrilamida con el biopolímero poli(3-hidroxibutirato) y el ácido acrílico" Trabajo de grado, Cumaná 2009

³ Diana Soto, Haydée Oliva. "Métodos para preparar hidrogeles químicos y físicos basados en almidón: una revisión". Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales. Vol. 32, No. 2, Caracas, Dic. 2012

⁴ Diana Soto, Haydée Oliva. "Métodos para preparar hidrogeles químicos y físicos basados en almidón: Una revisión". Revista latinoamericana de metalurgia. V.32 n.2 Caracas Dic.2012.

⁵ Singh Anisha, Sharma Pramod Kumar, Garg Vipin Kumar, Garg Garima. 'Hydrogels: a review.' 2010; 4(2): Article 016. [Septiembre-Octubre]

⁶ Sachiko. Kaihara, Shuichi. Matsumara, John P. Fisher. 'Synthesis and characterization of cyclic acetal based degradable hydrogels.' Eur J Pharm Biopharm, 68 (1) (2008), pp 67-73.

En la industria agrícola⁷, es usado para reducir gastos innecesarios de agua, contribuir al ahorro de la misma y reducir gastos económicos a los agricultores. Actualmente fueron encontradas dos referencias de hidrogeles en la ciudad de Bogotá para uso agrícola.

1.2.1 Hidrogel comercial 1. Es un copolímero superabsorbente compuesto por acrilamida y acrilato de potasio, es insoluble en agua. Al entrar en contacto con el medio acuoso los grupos carboxílicos de su estructura realizan una disociación exponiendo cargas iguales, permitiendo así una repulsión de las cadenas poliméricas ampliando las cavidades de la red, logrando de esta manera el paso de las moléculas de agua al interior del polímero. El agua es retenida en el interior del polímero y es entregada a las raíces de la planta mediante un proceso de ósmosis.

Algunas de las ventajas del uso de éste absorbente son la ventilación en suelos compactos, la reducción de la percolación de nutrientes en el suelo, suministra a las plantas un suplemento de humedad y permite que la planta tenga un mejor crecimiento en regiones escasas de lluvia.

1.2.2 Hidrogel comercial 2. Es un polímero de origen inorgánico compuesto por poliacrilato de sodio, ácido acrílico, persulfato de amonio y tiosulfato de sodio. Éste absorbente ayuda a retener agua y nutrientes que son desperdiciados en el suelo y los libera en las raíces de las plantas. Tiene una duración aproximada de año y medio en el suelo sin llegar a degradarse y logra mantener la humedad en éste durante 2 meses aproximadamente. Luego de liberar toda el agua y los nutrientes que absorbió es posible hidratarlo nuevamente sin que pierda sus características.

Los beneficios del uso de éste absorbente son múltiples, entre esos encontramos la facilidad del desarrollo del cultivo en regiones secas, permite mayor desarrollo de las raíces obteniendo así plantas más fuertes y saludables, provee a las plantas de manera continua el agua necesaria para su crecimiento en épocas de sequía y eleva el intercambio catiónico en el suelo.

1.3 SÍNTESIS DE LOS HIDROGELES

Los hidrogeles sintéticos tienen una estructura cuya cadena principal está formada solamente por carbonos la cual puede ser modificada para lograr su degradabilidad y funcionalidad, para obtener dichos hidrogeles son utilizados monómeros con uno o varios grupos funcionales⁸, entre esos monómeros es posible encontrar el ácido acrílico y la acrilamida.

⁷ Cortés Andrés, Barrera Xiomara, Boada Luis, Rodríguez Gerardo. '*Evaluación de hidrogeles para aplicaciones agroforestales*'. Revista Ingeniería e Investigación. Vol 27, Diciembre de 2007. pp 35-44.

⁸ Virginia Sáez, Estibaliz Hernández, Lucio Sanz Angulo. "Liberación controlada de fármacos. Hidrogeles. Revista Iberoamericana de Polímeros. Vol 4(1), Enero 2003.

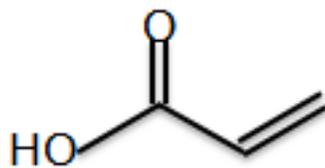
1.3.1 Síntesis por vía química. Las reacciones involucradas son polimerización del monómero o copolimerización de los polímeros en medio acuoso, que involucran técnicas como la polimerización en suspensión. En la reacción química intervienen monómeros, agentes entrecruzantes e iniciadores, una vez terminada la reacción es necesario retirar los compuestos que no reaccionaron mediante un proceso de lavado.

1.3.2 Polimerización en suspensión. En esta técnica, los monómeros y el iniciador son dispersados para lograr conseguir una mezcla homogénea, la velocidad de agitación y el tipo de dispersante son los encargados de regir el tamaño de las partículas; como la dispersión es termodinámicamente inestable es requerida una agitación continua y la adición de un agente entrecruzante.⁹ Es posible decir que éste método tiene una ventaja frente a las demás técnicas, puesto que el producto es obtenido en forma de polvo o microesferas.

1.3.2.1 Monómeros

Ácido acrílico. (Figura 1) Por ser un ácido carboxílico es un compuesto polar que forma enlaces intermoleculares mediante puentes de hidrogeno, tiene un área superficial polar de 37.3, cuando es disociado con agua crea una ruptura heterolítica de un enlace O-H, lo cual genera un ión carboxilato con la carga negativa repartida por igual sobre dos átomos de oxígeno. (Figura 2).

Figura 1. Forma estructural del ácido acrílico



Fuente: Ficha técnica del ácido acrílico

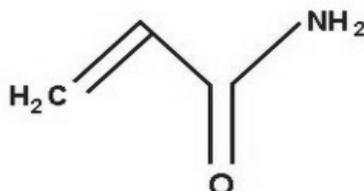
Figura 2. Ión carboxilato



⁹Ahmed EM, de hidrogel: preparación, caracterización y aplicaciones, J Adv Res (2013)

Acrilamida. (Figura 3) La acrilamida es un intermediario químico usado en la síntesis de poliacrilamidas. Este monómero presenta una forma cristalina blanca. Su peso molecular es de 71.09. Es soluble en agua, etanol, metanol, dimetileter y acetona e insoluble en heptano y benceno.¹⁰

Figura 3. Forma estructural de la acrilamida



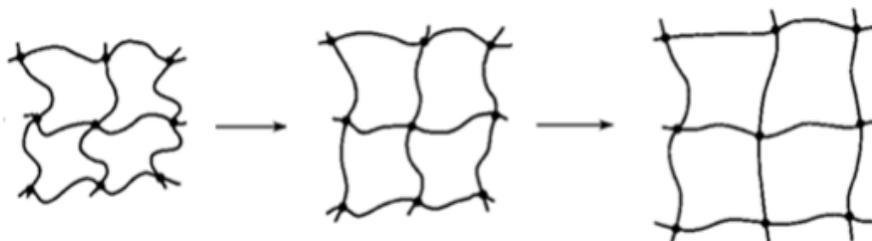
Fuente: Ficha técnica de la acrilamida

El objetivo principal en la preparación de hidrogeles es obtener una estructura entrecruzada ya que ese tipo de estructura asegura la estabilidad en un medio acuoso; por esto es necesario llevar a cabo una síntesis química.

1.4 VARIABLES QUE AFECTAN LA ABSORCIÓN EN UN HIDROGEL

La capacidad de adsorción de un hidrogel depende de su grado de hinchamiento, el cual es un proceso de expansión del polímero, donde las fuerzas osmóticas permiten el ingreso de agua a la red tridimensional, logrando que el hidrogel pueda absorber determinada cantidad de agua hasta llegar al punto donde las fuerzas cohesivas ponen resistencia al proceso de expansión (el polímero llega a su estado de saturación) sin perder la forma original (Figura 4)¹¹. Es importante resaltar que este factor es afectado también por la concentración tanto de los monómeros como del iniciador puesto que estos afectan principalmente la estructura obtenida¹¹.

Figura 4. Cambio de la estructura de los hidrogeles.



¹⁰ Joaquín Guibert Read. Trabajo presentado durante el Curso de Toxicología y Química Forense – 2011. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales – Universidad de Belgrano.

¹¹ Ignacio Rintoul, Christine Wandrey. "Polymerization of ionic monomers in polar solvents: Kinetics and mechanism of the free radical copolymerization of acrylamide/acrylic acid". Science direct polymer 46(2005)

Por otro lado, la cantidad de agua que absorbe un hidrogel es afectada por parámetros como la temperatura, el tamaño del poro, el pH, y la humedad del medio en el que está el hidroretenedor, a continuación, serán explicados brevemente.

1.4.1 Influencia de la temperatura. El comportamiento de hinchamiento de la red polimérica depende de la temperatura del medio, en ciertos casos un aumento de la temperatura del medio mejora la absorción de agua¹², sin embargo, en otras investigaciones han identificado que para los geles de polímeros hidrófobos un aumento de temperatura provocaría un colapso de las redes poliméricas; demostrando así que es posible producir hidrogeles con diferentes temperaturas de transición¹³

1.4.2 Influencia del pH. La influencia del pH está dada por la presencia de grupos ionizables en la red tridimensional, los cuales pueden protonarse o desprotonarse, dependiendo del pH del medio, a pH bajos es posible que haya un intercambio iónico entre los iones del polímero y de la solución, dando como resultado una disminución de la densidad de carga de la red¹⁴, siendo esta la razón por la cual, al incrementar el pH del medio, la capacidad de hinchamiento del hidrogel aumenta hasta un valor determinado.

1.4.3 Influencia del grado de entrecruzamiento o gelación. La gelación consiste en la unión de las moléculas de un gel de forma química o física para formar una red elástica. El grado de gelación depende del monómero o el polímero inicial e incide en el tamaño de los poros y el hinchamiento del hidrogel. Un hidrogel con bajo grado de gelación es más poroso y tiene mayor capacidad de hinchamiento que un hidrogel con alto grado de gelación.

¹² SK Bajpai, S. Johnson/reactiva y polímeros funcionales62 (2005) 271 – 283

¹³ Issa A. Katime, Oscar Katime, Daniel Katime. “Materiales Inteligentes: Hidrogeles Macromoleculares. Algunas aplicaciones biomédicas”. Anales de la Real Sociedad Española de Química. Segunda época Octubre-Diciembre 2005.

¹⁴ Lloreda Blanco, Sergio Alejandro. “El proceso de polimerización por suspensión inversa del ácido acrílico y acrilamida”. Ingeniería e Investigación, vol. 25, núm. 1, abril, 2005

2. MATERIALES Y METODOLOGÍA

En este capítulo fue desarrollada la caracterización de los hidrogeles comerciales y los obtenidos a nivel laboratorio, así como también fueron evaluadas diferentes composiciones de monómeros donde fue determinado el producto final con mayor capacidad de absorción mediante un proceso de polimerización en suspensión en la empresa PREFLEX S.A.

2.1 MATERIALES

El hidrogel comercial 1 fue obtenido de Zuckem Ltda. Colombia, mientras que el hidrogel comercial 2 fue obtenido de Control Biológico LTDA. También fueron utilizados: ácido sulfúrico (H_2SO_4) de concentración 0,5N y el hidróxido de sodio (NaOH) de concentración 0,5N, que son provenientes de laboratorios MOL-LAB. Y para las pruebas de capacidad de desorción, el xilol que fue obtenido de Química Delta.

2.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS HIDROGELES COMERCIALES

Los dos tipos de hidrogeles comerciales encontrados fueron, el hidrogel comercial 1, que es un copolímero de acrilamida y acrilato de potasio¹⁵ y el hidrogel comercial 2, que está compuesto de poliacrilato de sodio¹⁶.

2.2.1 Características físicas de los hidrogeles comerciales. Fue realizada una caracterización física con el fin de establecer una referencia del tamaño de los sólidos suspendidos obtenidos a nivel laboratorio, por ello, fue determinado el tamaño y la densidad promedio de partícula de los hidrogeles comerciales.

Fue consultado en la bibliografía una ecuación semiempírica desarrollada por Zwietering y colaboradores (ecuación 1)¹⁷, que determinaba el promedio de una partícula según los parámetros establecidos en el laboratorio.

Ecuación 1. Ecuación semiempírica para determinar el tamaño de partícula

$$T_p = k \frac{D_v R v_m \varepsilon}{D_s N v_l}$$

T_p es el tamaño promedio de la partícula y las variables que se conocen para determinarlas son: el diámetro del recipiente de reacción (D_v), el diámetro del agitador (D_s), la viscosidad del monómero (v_m), la viscosidad de la fase acuosa (v_l), la relación

¹⁵ Recuperado de la página web del hidrogel comercial 1 el 11 de febrero de 2016

¹⁶ Recuperado de la página web del hidrogel comercial 2 el 11 de febrero de 2016

¹⁷ McCABE, Warren. Operaciones básicas de ingeniería química. 1980. Pág 75

del volumen de monómero de la fase acuosa (R) y la velocidad de agitación (N). Sin embargo, se desconocen, k que incluye los parámetros relacionados con el diseño del recipiente de reacción y la tensión interfacial de las dos fases (ϵ), por lo que no fue posible determinar el tamaño de partícula teórico para compararlo con el obtenido a nivel laboratorio.

Para cada determinación fue necesario escoger 20 muestras aleatoriamente (debido a la irregularidad en el tamaño de las partículas).

Figura 5. Tamaño de partículas de los hidrogeles comerciales 1 y 2 de izquierda a derecha.



Por la diferencia en la forma (Figura 5) entre los hidrogeles comerciales fue evaluada la longitud equivalente que es la relación entre volumen y área superficial, asumiendo una geometría cilíndrica para el hidrogel comercial 1 y esférica para el hidrogel comercial 2. El instrumento usado fue un calibrador marca HOPEX con una precisión de 0.001m.

Para hallar la densidad de partícula fue necesario pesar las muestras usando una balanza marca PRECISA modelo XB 220A con una precisión de 0.0001g, determinando la masa promedio.

El análisis morfológico fue realizado para conocer el tamaño del poro y evaluar la estructura interna del polímero donde fue posible identificar las úlceras, esta determinación fue realizada a través de una microscopía electrónica de barrido (MEB) hecha por la Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá con un microscopio FEI QUANTA 200 con filamento de Tungsteno a bajo vacío, en una escala de barrido de 500 μm y 2 mm.

2.2.2 Tiempo de saturación y capacidad de absorción. Con el fin de determinar la cantidad de agua que es absorbida en un periodo de tiempo, fue empleado un método gravimétrico, en el cual fueron pesados 0.4g de cada tipo de hidrogel y usando vaso de precipitado de capacidad de 250mL con agua fueron sumergidos los hidrogeles en 200mL de agua (Figura 6 y Figura 7) para diferentes tiempos entre 10 y 140 minutos con intervalos de 10 minutos, para cada tiempo, el agua fue drenada y el HRA pesado.

Cuando no hay diferencia significativa entre dos mediciones consecutivas, es decir cuando el error relativo es menor a 0.1, es alcanzado el tiempo de saturación, por ende, su capacidad de absorción máxima, los hidrogeles fueron pesados en una balanza de marca OHAUS y modelo PA313, con capacidad de 310g y precisión de 0.001g¹⁸; para cada dato fueron hechas 3 réplicas.

Las condiciones en las que fueron hechas estas experimentaciones fueron una temperatura ambiente de 24°C, una humedad promedio de 37%, estos datos fueron tomados usando un higrómetro presente en el laboratorio marca EXTECH línea 445815 con una precisión de $\pm 4\%$ para la humedad y $\pm 1^\circ\text{C}$ para la temperatura, y agua potable con pH de 7.2.

Figura 6. Representación del proceso de retención de agua (disolvente) de un xerogel.

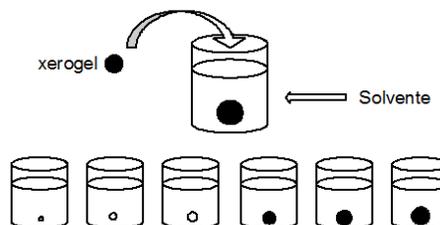
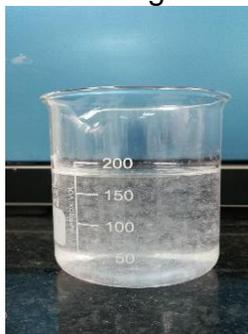


Figura 7. Hidrogeles en exceso de agua.



¹⁸ Recuperado de <http://www.testequipmentdepot.com/ohaus/precision-balances/pioneer/pa313.htm> el 24 de febrero de 2016

Teniendo en cuenta la capacidad del xerogel de retener la humedad presente en el ambiente, fueron usadas 20 muestras de masa 0.4g de cada tipo de hidrogeles para determinar la cantidad de humedad presente en la muestra, para ello fue necesario pesarla y usar un horno con una temperatura promedio de 110°C durante 2 horas para eliminar la humedad presente, luego de este tiempo fueron sacadas del horno y pesadas.

2.2.2.1 Capacidad de absorción en cambios de pH. Para determinar la influencia del pH en la capacidad de absorción, fueron preparadas 10 diferentes soluciones, 6 soluciones con ácido sulfúrico y agua para obtener pH ácidos (1.44, 2.20, 3.31, 4.1, 5.38 y 6.07) y 4 soluciones con hidróxido de sodio y agua para obtener pH básicos (8.11, 9.35, 10.33 y 11.45) con ayuda de un potenciómetro de marca OAKTON y precisión de ± 0.002 ¹⁹ fue medido el pH.

Los hidrogeles pesaron inicialmente 0.4g, posteriormente fueron sumergidos en 200mL de solución, cuando alcanzó el tiempo de saturación a condiciones estándar, los hidrogeles fueron filtrados y pesados. Para cada ensayo fueron hechas 3 réplicas.

2.2.3 Técnica de secado para determinar la capacidad de desorción. Para identificar la vida útil de los hidrogeles, fueron establecidos dos métodos de secado; inicialmente los dos tipos de hidrogeles comerciales fueron pesados secos y posteriormente hidratados en exceso de agua en un vaso de precipitado, una vez obtenida la masa del HRA, los hidrogeles pasan por las dos técnicas de secado.

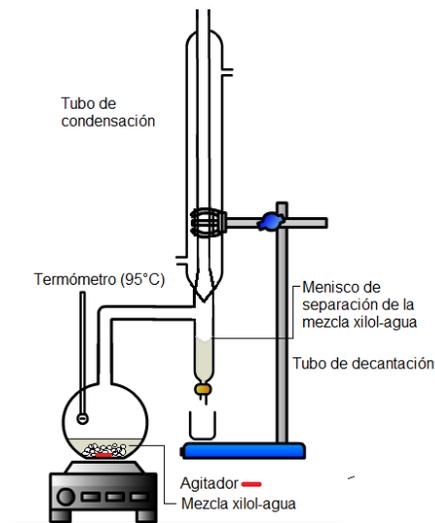
La primera técnica consiste en llevar los hidrogeles a temperaturas altas (hasta 150°C) por medio de un horno durante 5 horas, en este tiempo el hidrogel era pesado en lapsos de 30 minutos y así verificar un posible cambio de masa.

La segunda técnica de secado, propuesta por el Ing. Jorge Arias, fue realizada por medio de una deshidratación con un solvente orgánico, xilol, con una posterior evaporación de la mezcla agua-xilol, mediante un montaje de destilación-decantación que es mostrado en la figura 8, fue usada una plancha para mantener una temperatura a 100°C, por el punto de ebullición del agua.

Posteriormente, los hidrogeles con retención de agua fueron agregados al balón, además de 104mL de xilol para mantener una relación 1:1 entre xilol y masa de HRA, con el fin de tener una sustancia con un punto de ebullición mayor al agua y así lograr la decantación. El proceso siempre tuvo agitación constante.

¹⁹ Recuperado de <http://www.4oakton.com/proddetail.asp?parent=25&prod=370&seq=4&TotRec=6> el 02 de marzo de 2016

Figura 8. Montaje de técnica de secado 2.



Este procedimiento experimental duró 6 horas, después el exceso de xilol fue retirado de los hidrogeles libres de agua, con ayuda de un horno a una temperatura promedio de 115°C, luego de 3 horas los hidrogeles fueron retirados del horno y subsiguiente a esto pesados.

2.3 OBTENCIÓN DE HIDROGEL A NIVEL LABORATORIO

Mediante un proceso de polimerización en suspensión a nivel laboratorio, donde fue evaluada la influencia de la concentración de un copolímero, fueron obtenidos varios tipos de hidrogeles con diferentes capacidades de absorción.

2.3.1 Materiales. Todas las materias primas para la síntesis de los hidrogeles fueron suministradas por PREFLEX S.A., el monómero ácido acrílico con pureza del 99% es de BASF, el monómero acrilamida con pureza del 98% de CHINAFLOC fue usado en solución al 40%, el agente entrecruzante es de WANA química, el iniciador persulfato de amonio con pureza de 98% es de Kompani Plazma, el tolueno con pureza de 99%, el metanol de 98% y el isopropanol de 98% son de ECOPETROL S.A.

2.3.2 Metodología para la obtención de hidrogel a nivel laboratorio. Fueron realizados 5 ensayos en los cuales las concentraciones de los monómeros fueron diferentes en cada experimentación siendo la primera 100% de acrilamida y luego fue agregado el ácido acrílico en las siguientes proporciones 10%, 20%, 30% y 40% m/m.

En el proceso de polimerización en suspensión fue usado un solvente orgánico, tomando como referencia la investigación de Hutchinson y colaboradores donde fue reportado que el n-butanol, el tolueno y el N,N – dimetilformamida no tienen efecto

sobre la composición del copolímero formado²⁰, por consiguiente fue usado el tolueno como medio donde ocurre la reacción, en todas las experimentaciones fueron usados 300 ml. Por otra parte, la fase acuosa fue preparada con ayuda de plancha de agitación donde la solución de acrilamida, el ácido acrílico y el agente entrecruzante fueron mezclados hasta formar una solución homogénea, la densidad de esta mezcla fue determinada mediante un picnómetro y para determinar la viscosidad fue usado un viscosímetro marca BROKFIELD a una velocidad de 100rpm con una aguja #1 (Tabla 1), siendo la mezcla 1 acrilamida al 100% y las mezclas 2,3,4 y 5 acrilamida al 90,80,70 y 60% másico y ácido acrílico al 10, 20, 30 y 40% másico, respectivamente; para controlar que la dosificación al reactor fuera de 1 mL/min fue usada una bureta de 150 mL.

Tabla 1. Masa, densidad y viscosidad de la mezcla de monómeros y agente entrecruzante.

| Mezcla | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|------------------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Masa (g) | 57,884 | 57,966 | 58,054 | 58,113 | 58,247 |
| Densidad (g/cm³) | 1,037 | 1,040 | 1,044 | 1,046 | 1,051 |
| Temperatura (°C) | 14 | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Visco (cP) | 20,4 | 20,8 | 21 | 21,2 | 22,3 |

Como monómeros fueron usados acrilamida y ácido acrílico con una masa total de 40g en todas las experimentaciones, el monómero acrilamida fue diluido en agua, preparando una solución al 40% y fue escogido debido a que es el principal componente en los hidrogeles usados en agricultura²¹, el agente entrecruzante usado fue del 3% en peso y el iniciador, persulfato de amonio, del 0.5% con relación a la masa de monómeros.

Al ser la polimerización en suspensión es necesario que el iniciador sea soluble en la fase acuosa²², por ende fue usado el persulfato de amonio, debido a su alta solubilidad en agua (850g/L), es un iniciador que se descompone térmicamente y forma radicales libres, este tipo de iniciadores es usado en su mayoría para polimerizar monómeros vinílicos²³, la velocidad de descomposición de este tipo de iniciadores normalmente depende del disolvente y de la temperatura de polimerización²⁴ por esto, fue tomada como temperatura de reacción 50°C, ya que ésta es la temperatura en la cual empieza a descomponerse el iniciador en fase acuosa neutra, fue usada una manta de calentamiento donde la temperatura

²⁰ SEYMOUR, Raimon. Introducción a la química de los polímeros. Barcelona: Reverté, 1995. 689 p.

²¹ ASH, Michael. ASH, Irene. Handbook of Green Chemicals, 2nd ed. Estados Unidos: 2004.

²² LLOREDA, S. El proceso de polimerización por suspensión inversa del ácido acrílico y acrilamida. Ingeniería e Investigación. 2005

²³ FLORY, P. Principles of Polymer Chemistry. New York, 1953

²⁴ ASUA, J. M. Polymer Reaction Engineering. Blackwell Publishing, 2007

promedio de los ensayos fue de 48°C con una desviación estándar de 0.753 y un motor para la agitación a 300 rpm en todo el procedimiento, donde fue agregado al reactor, por una boquilla, el iniciador y por medio de la bureta, la fase acuosa.

Una vez el sistema alcanzó la temperatura ambiente, fue desmontado y el polímero absorbente resultante fue filtrado del tolueno. Posteriormente a esto, fue lavado el polímero, para retirar las impurezas y materias sin reaccionar, con metanol por 15 minutos e inmediatamente con isopropanol por 15 minutos más, después los hidrogeles fueron cortados y llevados a un horno con una temperatura promedio de 40°C por un tiempo de 20h. El montaje de la polimerización es mostrado en la figura 9.

Figura 9. Montaje



El ácido acrílico por su naturaleza química presenta una alta solubilidad en la mayoría de solventes orgánicos, por esto, fue evaluada la influencia de este factor en la reacción con una composición de monómeros acrilamida – ácido acrílico 9:1; siguiendo el trabajo de Kabiri y colaboradores donde neutralizan el ácido acrílico para formar su sal correspondiente²⁵ en este trabajo fue usada soda cáustica al 50% para neutralizar el ácido acrílico y formar la sal sódica de ácido acrílico, altamente soluble en agua, que fue agregada en la plancha de agitación con la solución de acrilamida y el agente entrecruzante, posteriormente fue seguida la metodología anteriormente descrita.

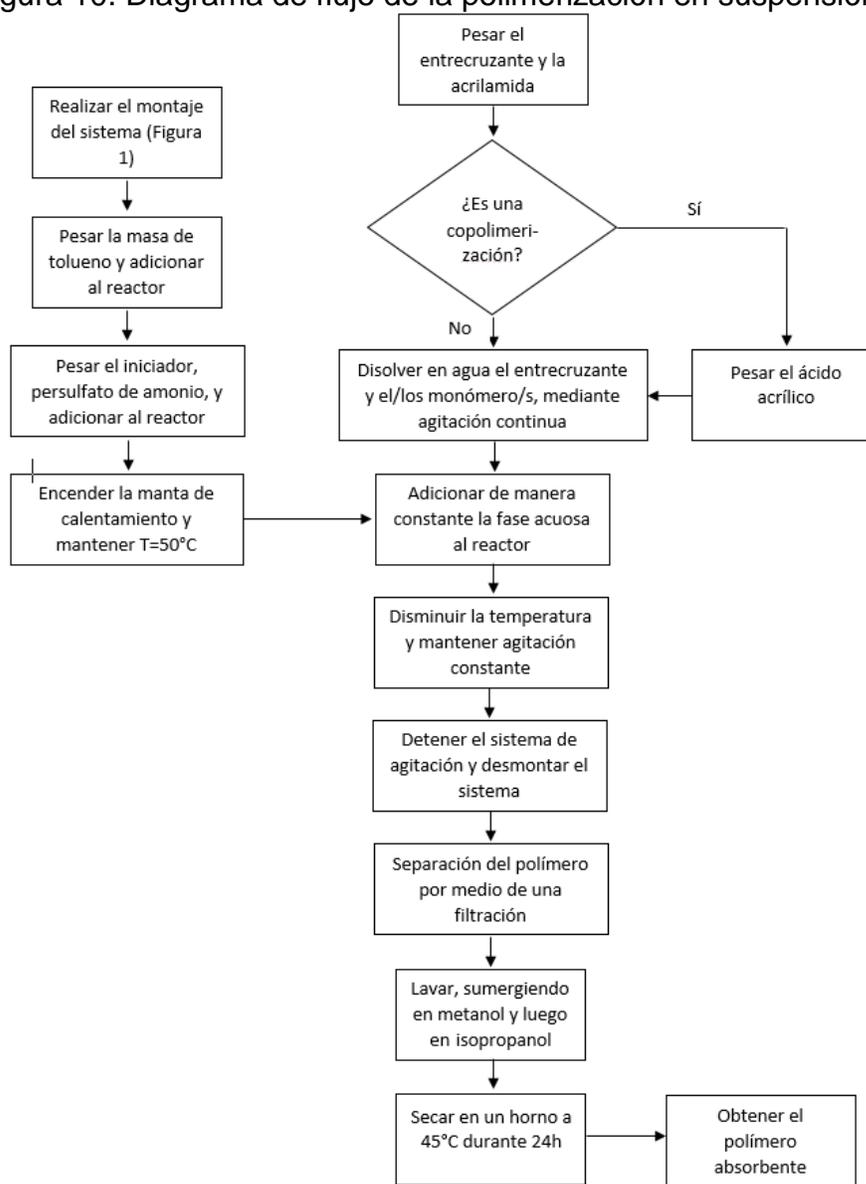
El proceso de polimerización, es mostrado por medio de un diagrama de flujo en la figura 10 y los datos de las experimentaciones son mostrados en la tabla 2.

²⁵ KABIRI, Koroush y ZOHURIAAN. MEHR, Jalal. Superabsorbente hydrogels from concentrated solution terpolymerization. En: IRANIAN POLYMER JOURNAL. vol. 13, no. 5, p. 423-430

Tabla 2. Datos de las polymerizaciones realizadas a nivel laboratorio.

| Ensayo | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---------------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Acrilamida (g) | 40 | 36 | 32 | 28 | 24 | 36 |
| Ácido Acrílico (g) | N/A | 4 | 8 | 12 | 16 | 4 |
| Agua (g) | 60 | 54 | 48 | 42 | 36 | 54 |
| Hidróxido de sodio (g) | N/A | N/A | N/A | N/A | N/A | 4 |
| Ag. Entrecruzante (g) | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 |
| Persulfato de amonio (g) | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 |

Figura 10. Diagrama de flujo de la polymerización en suspensión.



2.3.3 Caracterización de los hidrogeles obtenidos a nivel laboratorio. Para la caracterización fue determinado el tamaño de partícula, la morfología, el análisis del espectro infrarrojo, el tiempo de saturación, la capacidad de absorción de los hidrogeles y la capacidad de desorción.

2.3.3.1 Características físicas de partícula. Para determinar la masa y el tamaño de partícula fueron seleccionadas 20 partículas de cada hidrogel obtenido en los 5 ensayos, con ayuda de una balanza analítica y un calibrador para cada medición respectivamente. Para establecer la morfología de la partícula fue realizada una microscopia de barrido.

2.3.3.2 Análisis de espectroscopia infrarroja. Para la caracterización con espectroscopia infrarroja de los hidrogeles fue usado un espectrómetro infrarrojo Tracer-100 con una resolución de 4cm^{-1} , en un rango de 400 a 4000cm^{-1} , de la Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá, donde las muestras sólidas y secas fueron mezcladas en un mortero ágata en una relación 100:1 con pastillas de bromuro de potasio seco.

2.3.3.3 Tiempo de saturación y capacidad de absorción. Al igual que en la metodología implementada con los hidrogeles comerciales, fue empleado un método gravimétrico en el cual fueron pesados 0.4 g de cada tipo de hidrogel y sumergidos en exceso de agua para diferentes tiempos entre 60 y 510 minutos con un intervalo de 30 minutos, después de cada uno, el agua fue filtrada y el hidrogel pesado.

Cuando no hay diferencia significativa entre dos mediciones consecutivas, es alcanzado el tiempo de saturación y puede ser determinada su capacidad de absorción. La capacidad del hidrogel de retener la humedad presente en el aire fue despreciada.

2.3.3.4 Técnica de secado para determinar la capacidad de desorción. Fue determinada la capacidad de desorción del xerogel P(Am-co-AAc)90 mediante la técnica de secado 2, descrita anteriormente.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo fue desarrollado el análisis de resultados de las experimentaciones, analizando las características de los hidrogeles comerciales y los obtenidos a nivel laboratorio.

3.1 CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DE LOS HIDROGELES COMERCIALES

La longitud equivalente (ecuación 2)²⁶ para el hidrogel comercial 1, fue hallada con la ecuación 3, tomando un promedio de los datos (Ver anexo A).

Ecuación 2. Longitud equivalente

$$Le = \frac{V}{A}$$

Ecuación 3. Longitud equivalente de un cilindro

$$Le_{(c)} = \frac{rh}{2h + 2r}$$

Para el hidrogel comercial 2, fueron tomados los datos (Ver Anexo B) y reemplazados en la ecuación 4, luego fue realizado un promedio para hallar la longitud equivalente.

Ecuación 4. Longitud equivalente de una esfera

$$Le_{(e)} = \frac{r}{3}$$

Obteniendo finalmente que la longitud equivalente promedio del hidrogel comercial 1 es de 0.040 cm y la longitud equivalente del hidrogel comercial 2 es de 0.009 cm, lo que indica que el área superficial disponible por partícula es mayor para el hidrogel comercial 2. En ninguno de los dos casos fue necesario descartar datos, debido a que la desviación estándar de estos fue menor a 1 (tabla 3).

Tabla 3. Media aritmética y desviación estándar de los datos.

| | HC 1 | HC 2 |
|---|-------|-------|
| Número de datos (N) | 20 | 20 |
| Media aritmética de la longitud equivalente (L_e) (cm) | 0.039 | 0.009 |
| Desviación estándar(σ) | 0.079 | 0.017 |

En cuanto a la densidad (tabla 4) de una partícula del hidrogel comercial 1 es mayor que la del hidrogel comercial 2 y ambas son mayores que la densidad del agua.

²⁶ McCABE, Warren. Operaciones básicas de ingeniería química. 1980

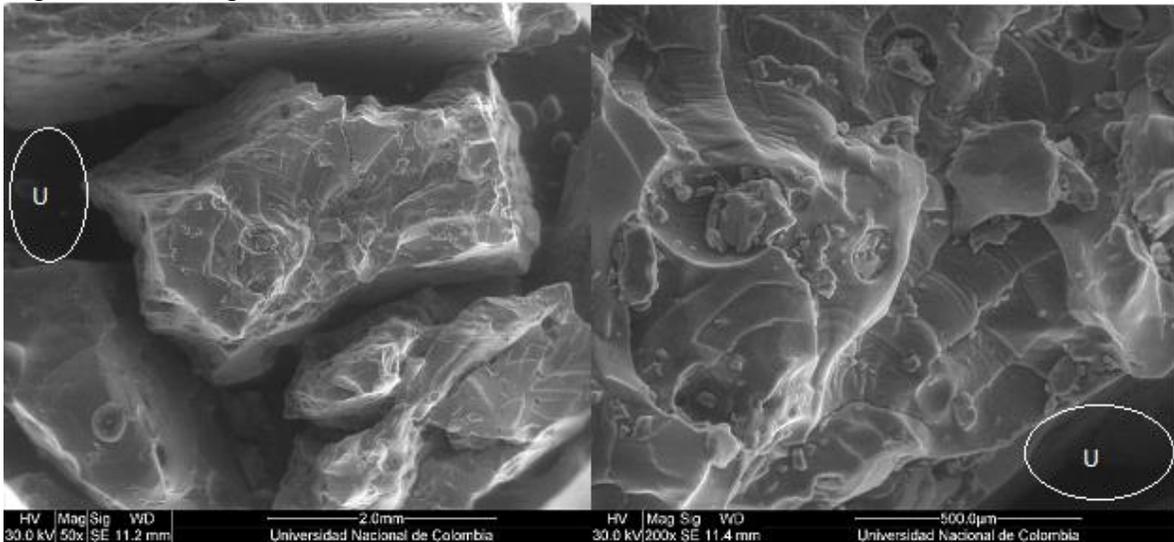
Tabla 4. Masa y densidad de cada partícula.

| | Hidrogel comercial 1 | Hidrogel comercial 2 |
|---|----------------------|----------------------|
| Masa de partícula (g) | 1.49,E-02 | 7.70,E-05 |
| Densidad promedio (g/cm³) | 1.658 | 1.410 |

Las micrografías de los hidrogeles permitieron identificar las ‘úlceras’ presentes en la partícula, las cuales permiten la entrada del agua en el polímero, entre más cantidad de ‘úlceras’ en el polímero más cantidad de agua es capaz de absorber.

En la figura 11, es posible apreciar la morfología de una partícula de xerogel comercial 1, que en su mayoría es una superficie continua, poco porosa y con pocas ‘úlceras’ donde pueda entrar el agua.

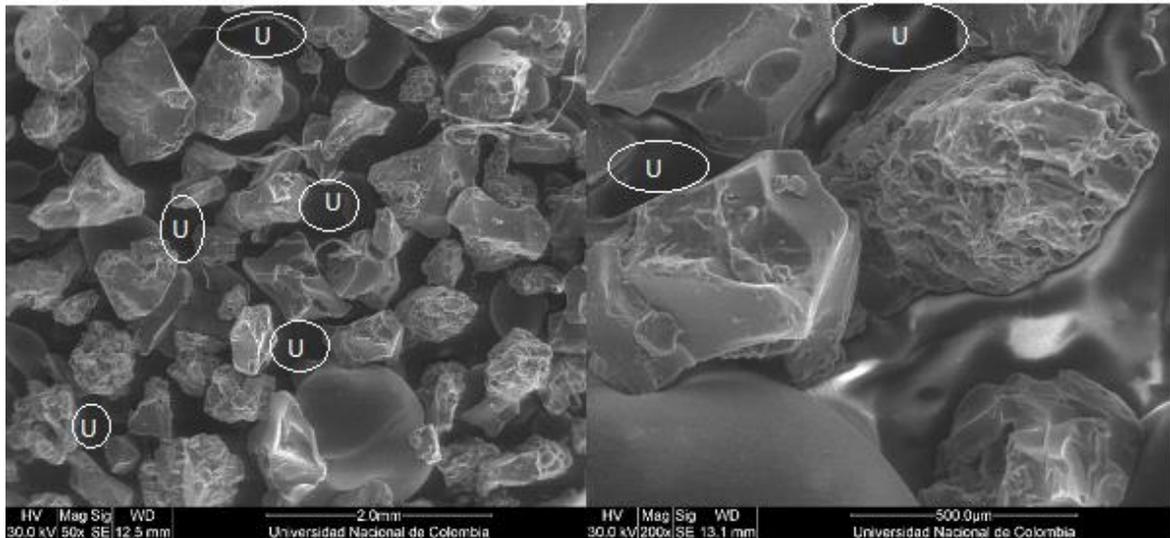
Figura 11. Xerogel comercial 1



Fuente: Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá

Por otro lado, la figura 12 muestra la morfología de una partícula de xerogel comercial 2, que presenta mucha discontinuidad lo que da paso a una mayor cantidad de ‘úlceras’ (U) para que pueda entrar el agua.

Figura 12. Xerogel comercial 2



Fuente: Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá

3.2 TIEMPO DE SATURACIÓN Y CAPACIDAD DE ABSORCIÓN

La capacidad de retener agua viene determinada por la naturaleza de las cadenas de polímeros y la densidad de los enlaces transversales, por esto el tiempo de saturación es alcanzado cuando la presión del hinchamiento iguala la tensión de recuperación elástica de la red hinchada²⁷. La capacidad de absorción de los hidrogeles es hallada usando la ecuación 5.²⁸

Ecuación 5. Relación de retención de agua por masa seca de hidrogel

$$A = \left(\frac{m - m_0}{m_0} \right) = \frac{\text{g de agua absorbida}}{\text{g de xerogel}} = \frac{gA}{gX}$$

Donde m es la masa del hidrogel en el tiempo de saturación y m_0 es la masa inicial del xerogel.

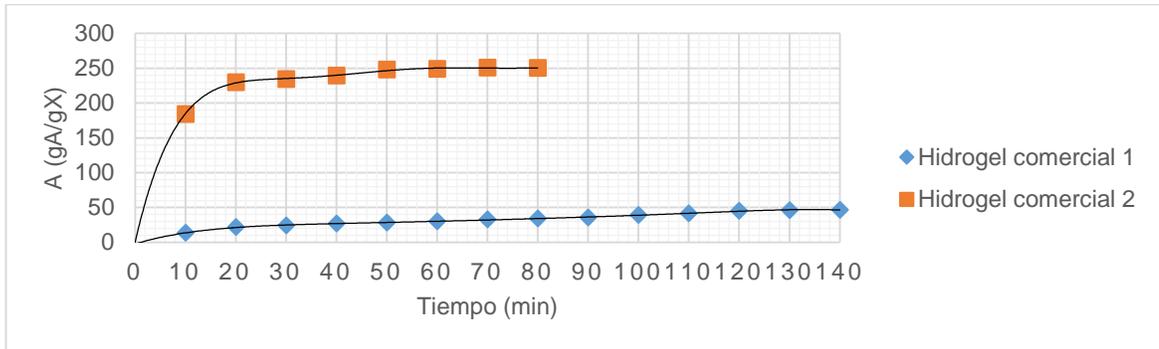
Los hidrogeles comerciales 1 tardaron 120 minutos en alcanzar su capacidad de absorción máxima, por otro lado, los hidrogeles comerciales 2, alcanzan su tiempo de saturación en 50 minutos (Ver Anexo C).

La gráfica 1 muestra la capacidad de absorción de los hidrogeles comerciales en diferentes tiempos, el hidrogel comercial 2 tuvo un tiempo de saturación menor que el 1 y retuvo mayor cantidad de agua con respecto a su peso.

²⁷ ROJAS, B., et al. Síntesis y caracterización de hidrogeles copoliméricos obtenidos a partir de acrilamida, ácido maleico y ácido acrílico. En: REVISTA IBEROAMERICANA DE POLÍMEROS. vol. 9, no. 3

²⁸ VILLARROEL, H. Estudio de los polímeros hidrogeles sintetizados a partir de acrilamida con el biopolímero poli(3-hidroxibutirato) y el ácido acrílico. Proyecto de grado. Cumaná. 2009

Gráfica 1. Relación de tiempo con la capacidad de absorción de los hidrogeles comerciales



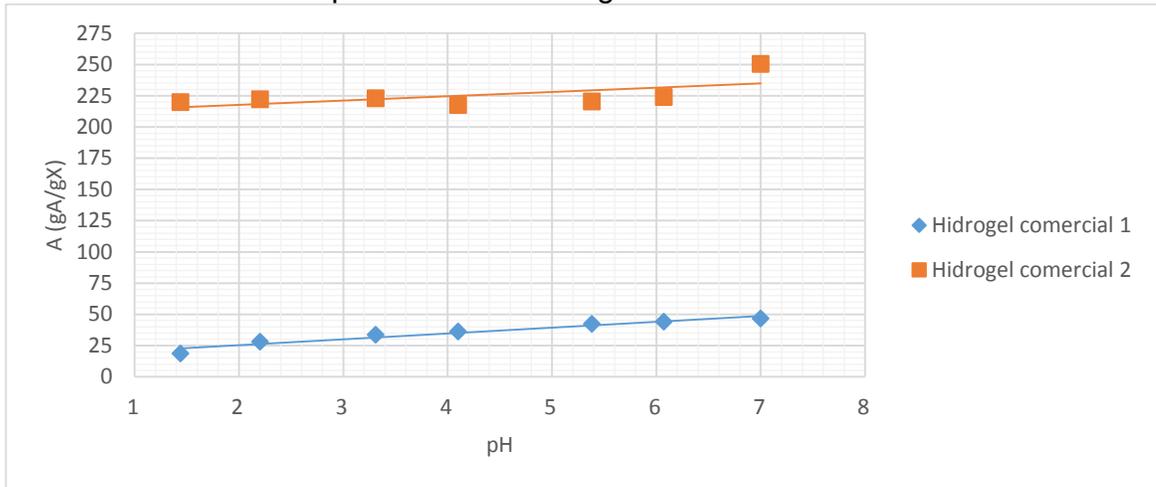
La capacidad de absorción del hidrogel comercial 1 fue de 46.578 gA/gX y la del hidrogel comercial 2 fue 230.429 gA/gX, la humedad inicial de los hidrogeles fue de 0.080 y 0.035 respectivamente (Ver Anexo D), que, comparada con la absorción de agua fue irrelevante, por ende, no fue tomada en cuenta en la capacidad de absorción final.

Los hidrogeles comerciales 2 tuvieron una capacidad de absorción tres veces mayor que los hidrogeles comerciales 1.

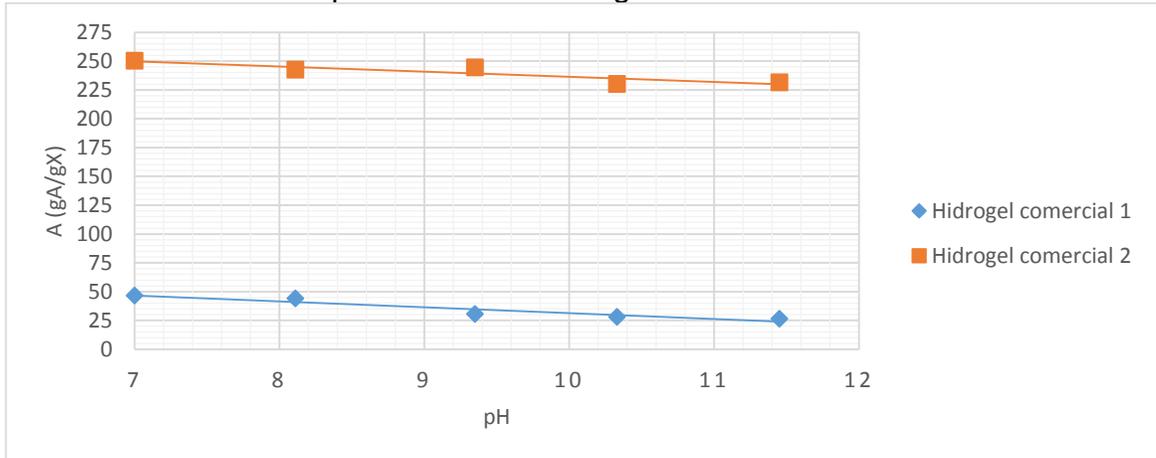
3.2.1 Cambios de la capacidad de absorción en cambios de pH. Los datos experimentales pueden verse en el anexo E. La gráfica 2 muestra que los hidrogeles comerciales 1 en pH ácidos (entre 1-6) tienen baja capacidad de absorción al igual que en pH básicos (entre 10-12) como muestra la gráfica 3, este fenómeno puede deberse a que en la estructura química del hidrogel haya grupos ionizables tipo amida, por tanto, la variación del pH del medio inducirá cambios en el grado de ionización afectando la capacidad de absorción. Lo que indica que los hidrogeles comerciales 1 tienen un buen rendimiento en rangos de pH de 7-9.

La capacidad de absorción de los hidrogeles comerciales 2 estuvieron en un rango de valores similares para diferentes pH (gráfica 2 y 3), por ende, es posible decir que el pH del medio no incide.

Gráfica 2. Cambios de pH ácidos en hidrogeles comerciales



Gráfica 3. Cambios de pH básicos en hidrogeles comerciales



3.3 CAPACIDAD DE DESORCIÓN

La tabla 5 muestra los datos obtenidos en la primera técnica de secado, el método fue descartado al no secar los hidrogeles, ya que el hidrogel aún retiene una cantidad considerable de agua.

Tabla 5. Datos experimentales primera técnica de secado para hidrogeles comerciales

| | Hidrogel comercial 1 | Hidrogel comercial 2 |
|------------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| Masa seca (g) | 0.283 | 0.283 |
| Masa HRA (g) | 63.016 | 20.415 |
| Masa después del secado (g) | 44.911 | 12.994 |

En la segunda técnica, inicialmente el hidrogel comercial 1 retuvo 82.658 mL de agua, y en la destilación fue obtenida una cantidad de 72.695 mL de agua y el hidrogel comercial 2 retuvo 423.281 y el agua de la destilación fue 408.339 mL, para disminuir esta diferencia fue usado de un horno a una temperatura promedio de 115°C durante 2 horas, posteriormente fueron pesados e hidratados, los datos finales son mostrados en la tabla 6, comparando las capacidades de absorción fue posible decir que los hidrogeles comerciales son capaces de absorber y desorber agua sin perder sus propiedades físicas o químicas.

Tabla 6. Datos experimentales segunda técnica de secado para los hidrogeles comerciales

| | HC 1 | HC 2 |
|--|-------------|-------------|
| Masa seca (g) | 2 | 2 |
| Masa HRA (g) | 84.658 | 425.281 |
| Xilol (g) | 85.016 | 425.107 |
| Masa seca (g) | 2.83 | 2.44 |
| Masa HRA después del secado (g) | 139.8 | 447.934 |
| A (gA/gX) | 41.329 | 211.640 |
| A después del secado (gA/gX) | 48.399 | 182.579 |

3.4 OBTENCIÓN DE HIDROGEL A NIVEL LABORATORIO

Al final del proceso de polimerización en suspensión fueron obtenidas partículas sólidas (la figura 13 muestra el polímero absorbente P(Am-coAAc)90), posteriormente fueron lavados y cortados para aumentar su área de contacto con el agua.

Figura 13. Polímero absorbente P(Am-co-AAc)90



3.4.1 Caracterización de los hidrogeles. Con el fin de diferenciar los hidrogeles obtenidos en los diferentes ensayos, fue realizada su caracterización.

3.4.1.1 Características físicas de la partícula. Las 5 muestras obtenidas a nivel laboratorio, siendo la muestra 1 P(Am), la 2 P(Am-co-AAc)90, la 3 P(Am-co-AAc)80, la muestra 4 P(Am-co-AAc)70 y la 5 P(Am-co-AAc)60, tienen forma irregular por lo que su forma fue considerada como un cilindro para hallar la longitud equivalente con la ecuación 2. Fueron tomados el ancho, el largo y el alto de las muestras (Ver anexos G, H, I, J y K) las longitudes equivalentes promedios de los hidrogeles fueron similares y son mostradas en la tabla 7.

Tabla 7. Media aritmética y desviación estándar de los datos

| Muestra | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|
| Número de datos (N) | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| Media aritmética de la longitud equivalente (L_e) (cm) | 0.052 | 0.049 | 0.059 | 0.058 | 0.043 |
| Desviación estándar(σ) | 0.009 | 0.009 | 0.010 | 0.010 | 0.008 |

La longitud equivalente de las partículas fue similar a la longitud equivalente del hidrogel comercial 1.

La masa de una partícula de hidrogel fue hallada dividiendo la masa total, entre las unidades que conforman la muestra (Tabla 8), la densidad de las muestras es mayor a la densidad del agua y la concentración de ácido acrílico es proporcional a una densidad mayor.

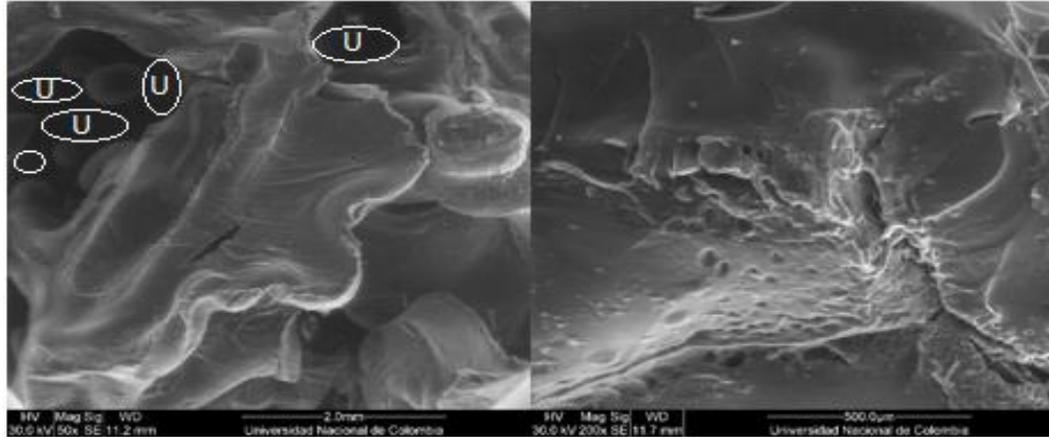
Tabla 8. Masa y densidad de partículas

| Muestra | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|
| Masa de partícula (g) | 0.017 | 0.031 | 0.037 | 0.032 | 0.026 |
| Densidad de partícula (g/cm^3) | 0.721 | 1.060 | 1.205 | 1.626 | 1.917 |

La morfología de los hidrogeles obtenidos a nivel laboratorio, fue determinada a través de MEB, mediante estas micrografías es posible apreciar la red tridimensional del polímero.

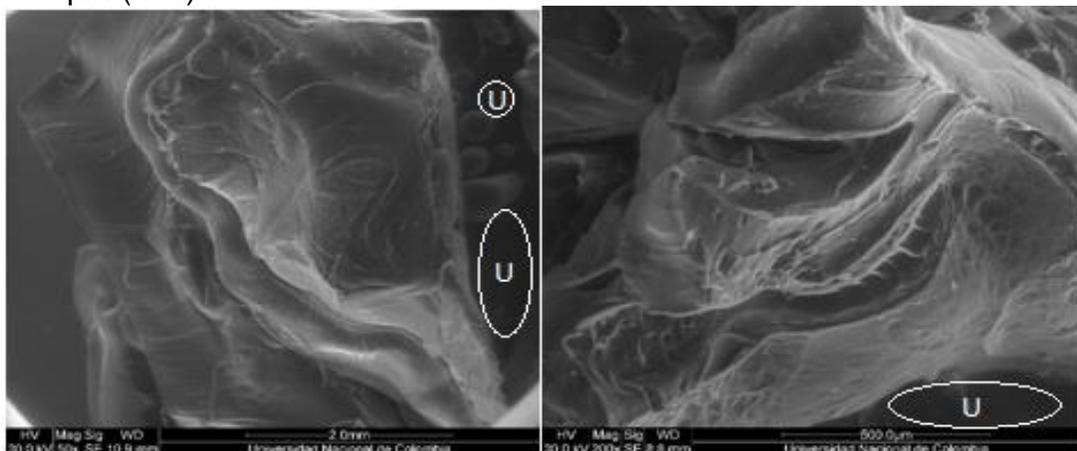
La figura 14, muestra la micrografía correspondiente al xerogel P(Am), la superficie del xerogel es, en su mayor parte, continua y aunque presenta 'úlceras' para facilitar la absorción del agua, en su estructura más profunda presenta muy poca porosidad.

Figura 14. Micrografía de la partícula de P(Am), a 2mm (izq.) y 500 μ m (der.)



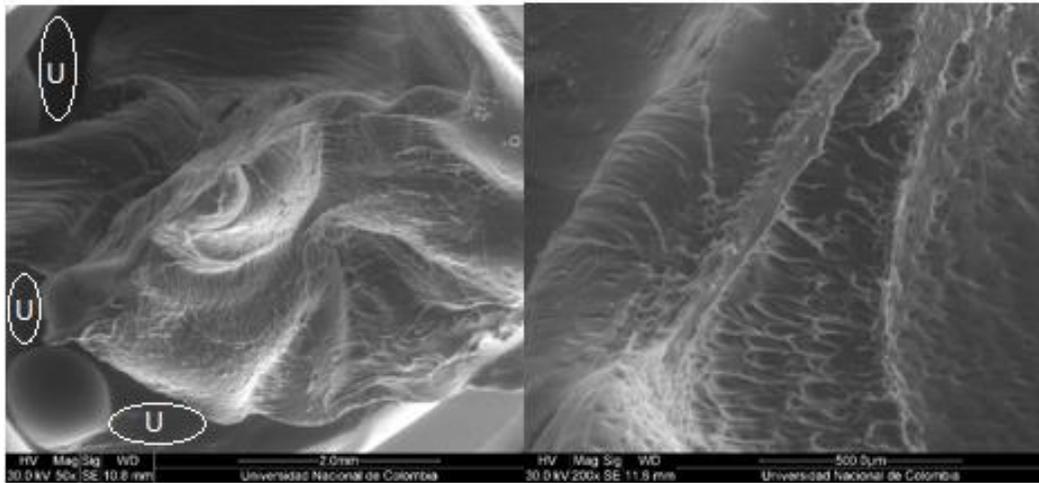
La figura 15 muestra la morfología del xerogel P(Am-co-AAc)90, su superficie es continua y con pocos poros, presenta varias 'úlceras' y algunas zonas con superficies rugosas.

Figura 15. Micrografía de la partícula de P(Am-co-AAc)90, a 2mm (izq.) y 500 μ m (der.)



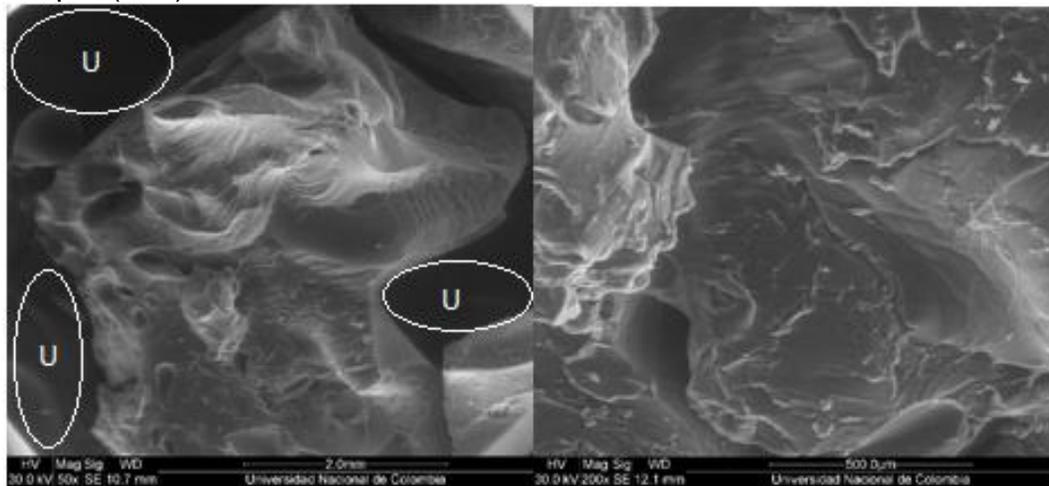
La morfología del xerogel P(Am-co-AAc)80 es mostrado en la figura 16, donde es posible observar superficies muy continuas y poca presencia de 'úlceras', tiene superficies rugosas.

Figura 16. Micrografía de la partícula de P(Am-co-AAc)80, a 2mm (izq.) y 500µm (der.)



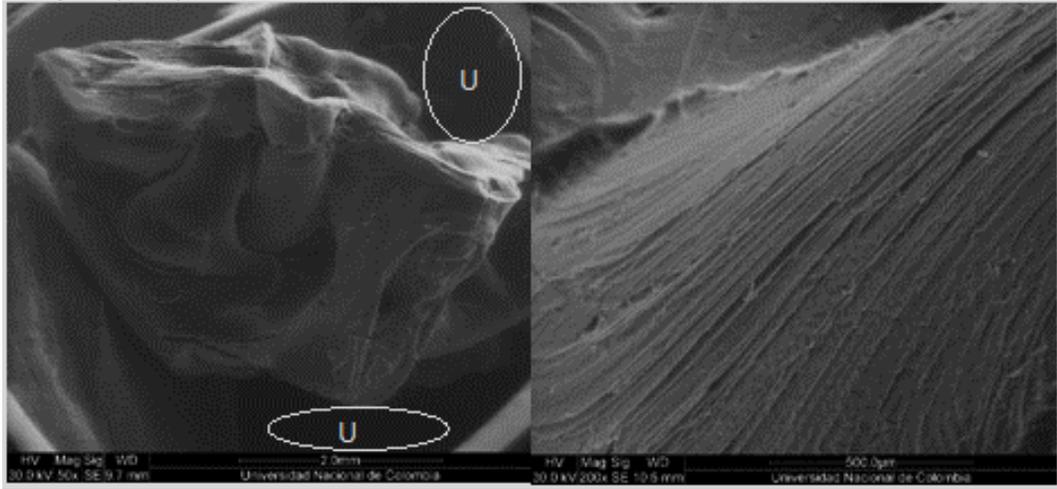
La figura 17 corresponde a la morfología del xerogel P(Am-co-AAc)70, que, aunque presenta 'ulceras' a 2 mm, acercando su estructura la superficie es lisa y con rugosidad intermitente.

Figura 17. Micrografía de la partícula de P(Am-co-AAc)70, a 2mm (izq.) y 500µm (der.)



En la figura 18 es posible observar la morfología del xerogel P(Am-co-AAc)60, que fue el xerogel con una superficie muy continua y poca rugosidad, presenta poca porosidad.

Figura 18. Micrografía de la partícula de P(Am-co-AAc)60, a 2mm (izq.) y 500 μ m (der.)

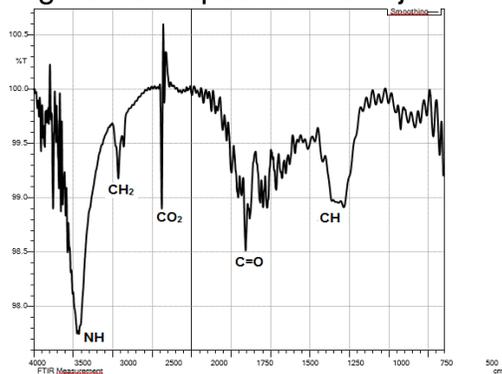


La morfología de los hidrogeles obtenidos a nivel laboratorio, tienen en común que la superficie es continua y lisa, lo que no permite que el agua penetre fácilmente en la partícula, esto puede deberse a un exceso de entrecruzamiento en la reacción. Con relación a los hidrogeles comerciales, la morfología fue semejante a la del hidrogel comercial 1, por su continuidad en la superficie y su rugosidad.

3.4.1.2 Análisis de espectroscopia infrarroja. Con la finalidad de verificar las estructuras, fue realizado el espectro infrarrojo de las 5 muestras obtenidas a nivel laboratorio, para identificar las bandas de absorción correspondientes a los grupos funcionales presentes.

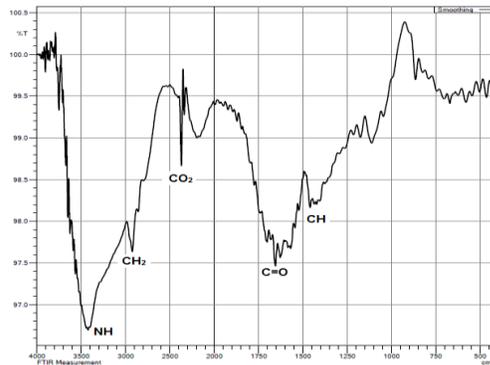
En la figura 19 es posible apreciar el espectro infrarrojo de la poliacrilamida, la absorbancia muestra: en la banda 3400 cm^{-1} el enlace NH característico del grupo amida; en 2900 cm^{-1} está la vibración en la curva del CH_2 ; en 1660 cm^{-1} CO_2 ; en 1650 cm^{-1} el enlace $\text{C}=\text{O}$ y en 1300 cm^{-1} el CH.

Figura 19. Espectro infrarrojo del P(Am)



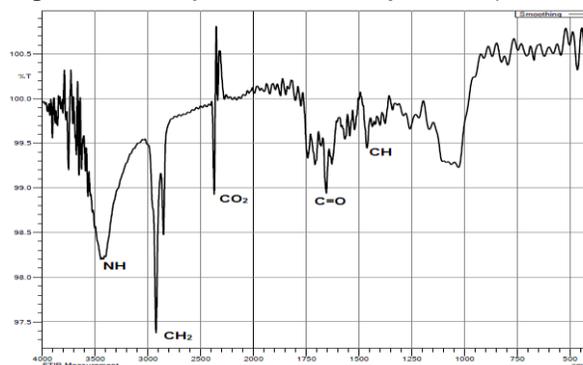
La figura 20 muestra el espectro infrarrojo del P(Am-co-AAc)90, donde las bandas: entre 3200 y 3700 cm^{-1} corresponden al estiramiento de los grupos NH; entre 1600 y 1750 cm^{-1} corresponden a las vibraciones de estiramiento del grupo C=O y a las vibraciones de flexión del enlace NH_2 .

Figura 20. Espectro infrarrojo de P(Am-co-AAc)90



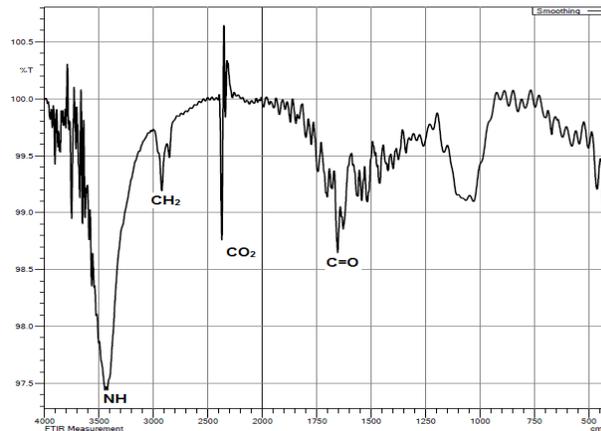
En la figura 21, que muestra el espectro infrarrojo del P(Am-co-AAc)80 fueron analizadas las señales características del polímero donde en las bandas: 3500 cm^{-1} el estiramiento del grupo primario del grupo amida NH; 2700 el enlace CH_2 ; en 2400 cm^{-1} CO_2 ; en 1600 cm^{-1} el enlace C=O de los grupos carboxilo y amida y en 1300 cm^{-1} la curva del enlace CH.

Figura 21. Espectro infrarrojo de P(Am-co-AAc)80



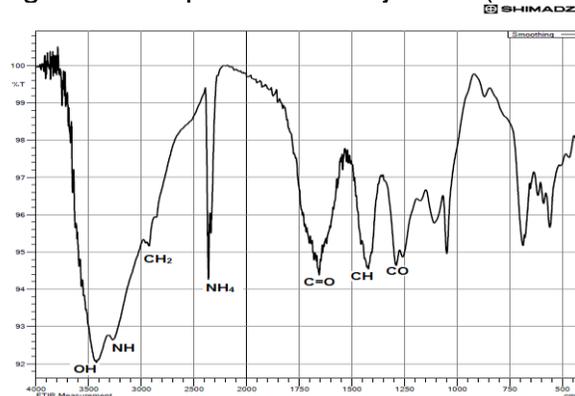
En la figura 22 es posible apreciar el espectro infrarrojo del P(Am-co-AAc)70, la absorbancia muestra: en la banda 3400 cm^{-1} el enlace NH; en 2800 cm^{-1} el CH_2 ; en 2400 cm^{-1} CO_2 ; en 1650 cm^{-1} el C=O y en 1100 cm^{-1} el CH.

Figura 22. Espectro infrarrojo de P(Am-co-AAc)70



La figura 23 muestra la espectroscopia infrarroja del P(Am-co-AAc)60, donde se detectaron absorciones diferentes que los demás polímeros debido a la alta concentración del ácido acrílico: alrededor de 1300 cm⁻¹ corresponde a la tensión del enlace C-O; a 1400 se manifestó la deformación del enlace C-H; 1600 cm⁻¹ es formado el estiramiento del enlace C=O; a 2400 cm⁻¹ corresponde al estiramiento CH₂ y a 3400 cm⁻¹, el estiramiento del enlace O-H certificando así la presencia de los grupos hidroxilo provenientes del ácido acrílico.

Figura 23. Espectro infrarrojo de P(Am-co-AAc)60



3.4.1.3 Tiempo de saturación y capacidad de absorción. Todos los xerogeles tuvieron una masa inicial de 0.4g. Los datos experimentales de los polímeros resultantes en cada ensayo se encuentran en el anexo L, el xerogel obtenido del procedimiento 5 fue el que menos tiempo necesito para llegar a su tiempo de saturación, aunque su capacidad de retener agua fue menor comparada con las otras.

La capacidad de absorción de los hidrogeles fue hallada con la ecuación 5 (Gráfica 4 y tabla 9), el xerogel que mayor retención de agua fue el obtenido del procedimiento 2 compuesto por 90% de acrilamida y 10% de ácido acrílico.

Gráfica 4. Capacidad de absorción de los hidrogeles obtenidos a nivel laboratorio

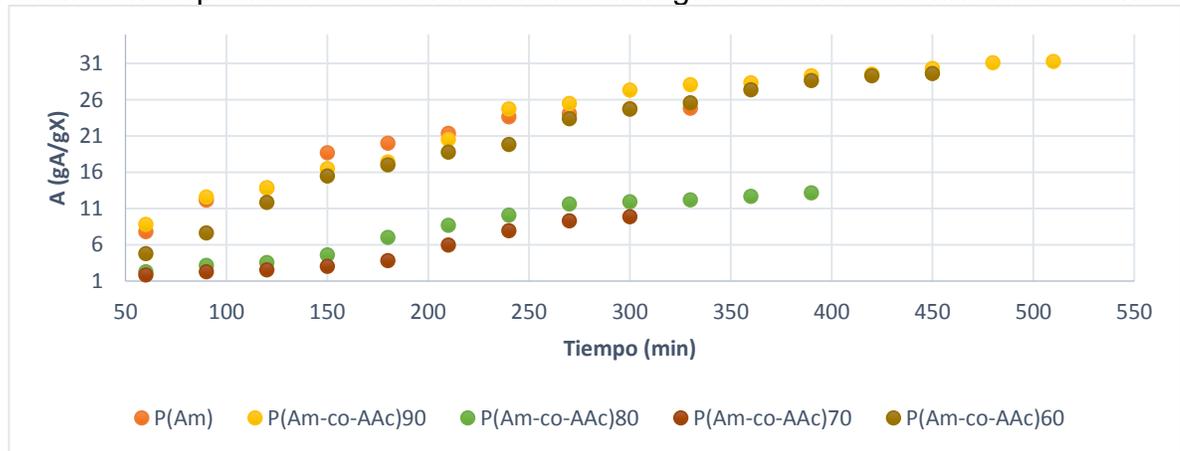
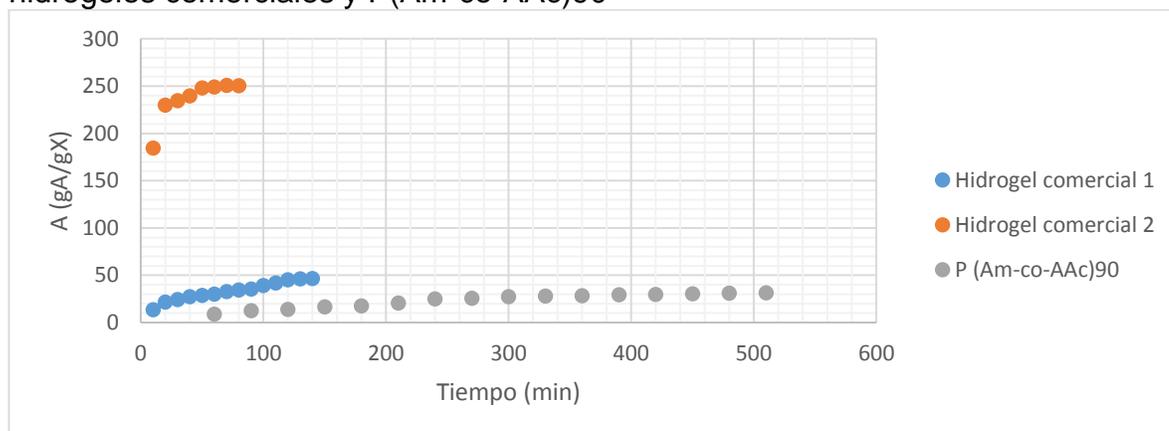


Tabla 9. Capacidad de absorción de los hidrogeles obtenidos a nivel laboratorio

| Ensayo | A (gA/gX) |
|--------|--------------|
| 1 | 24.851 |
| 2 | 31.115 |
| 3 | 18.440 |
| 4 | 12.184 |
| 5 | 9.275 |
| 6 | 29.322 |

La gráfica 5, muestra la relación del tiempo de saturación con la capacidad de absorción de los hidrogeles comerciales con el hidrogel con mayor capacidad de absorción de los ensayos anteriormente descritos, el P(Am-co-AAc)90, donde el tiempo que requiere el polímero obtenido a nivel laboratorio es considerablemente mayor que los hidrogeles comerciales; el hidrogel con menor capacidad de absorción es el P(Am-co-AAc)90 y es cercana a la del hidrogel comercial 1.

Gráfica 5. Comparación tiempo de saturación y capacidad de absorción de hidrogeles comerciales y P(Am-co-AAc)90



3.4.1.4 Técnica de secado para determinar la capacidad de desorción. El xerogel P(Am-co-AAc)90 inicialmente retuvo 60,837 mL de agua y en la destilación fue obtenida una cantidad de 48,206 mL de agua, los datos experimentales son mostrados en la tabla 10, los cuales permiten concluir que las propiedades físicas y químicas de ésta partícula no fueron afectadas.

Tabla 10. Datos experimentales de la técnica de secado 2 para P(Am-co-AAc)90

| | P(Am-co-AAc)90 |
|---|-----------------------|
| Masa inicial (g) | 2 |
| Masa HRA (g) | 62,837 |
| Xilol (g) | 62,290 |
| Masa seca después del secado (g) | 3,104 |
| Masa HRA después del secado (g) | 78,511 |
| A (gA/gX) | 30,419 |
| A después del secado (gA/gX) | 24,293 |

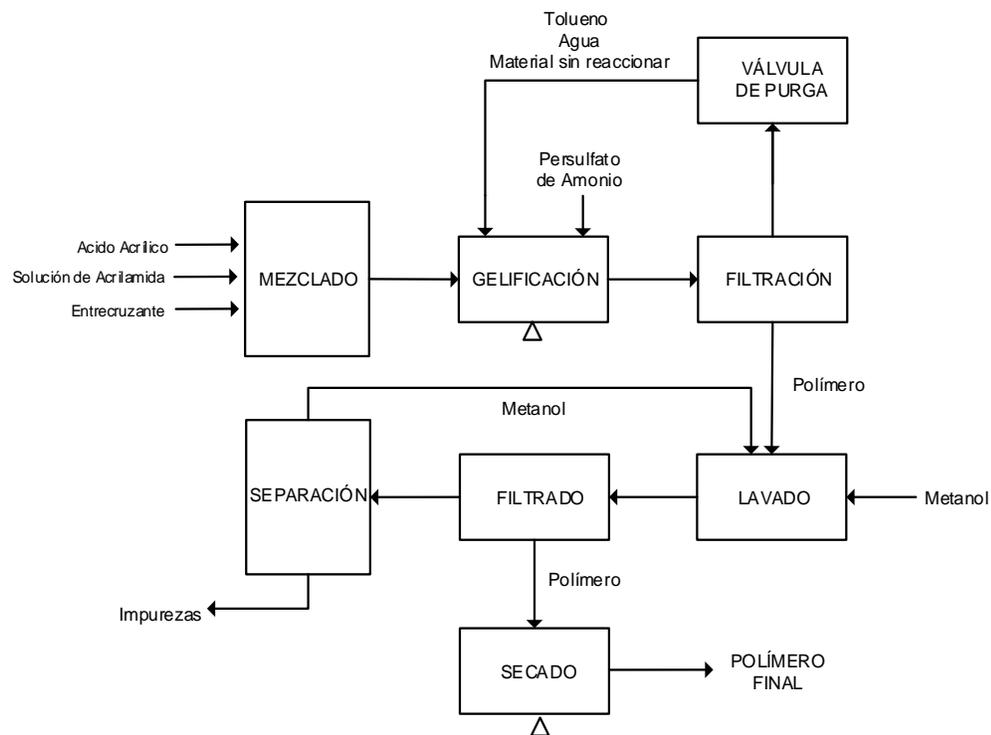
4. OPERACIONES UNITARIAS

En este capítulo son propuestas las operaciones unitarias necesarias para realizar el proceso de obtención de hidrogeles por el método de polimerización en suspensión.

4.1 FASES DEL PROCESO

El proceso propuesto plantea 6 etapas principales u operaciones unitarias, mezclado, gelificación, filtración, lavado, separación y secado. Ver figura 24.

Figura 24. Diagrama de bloques

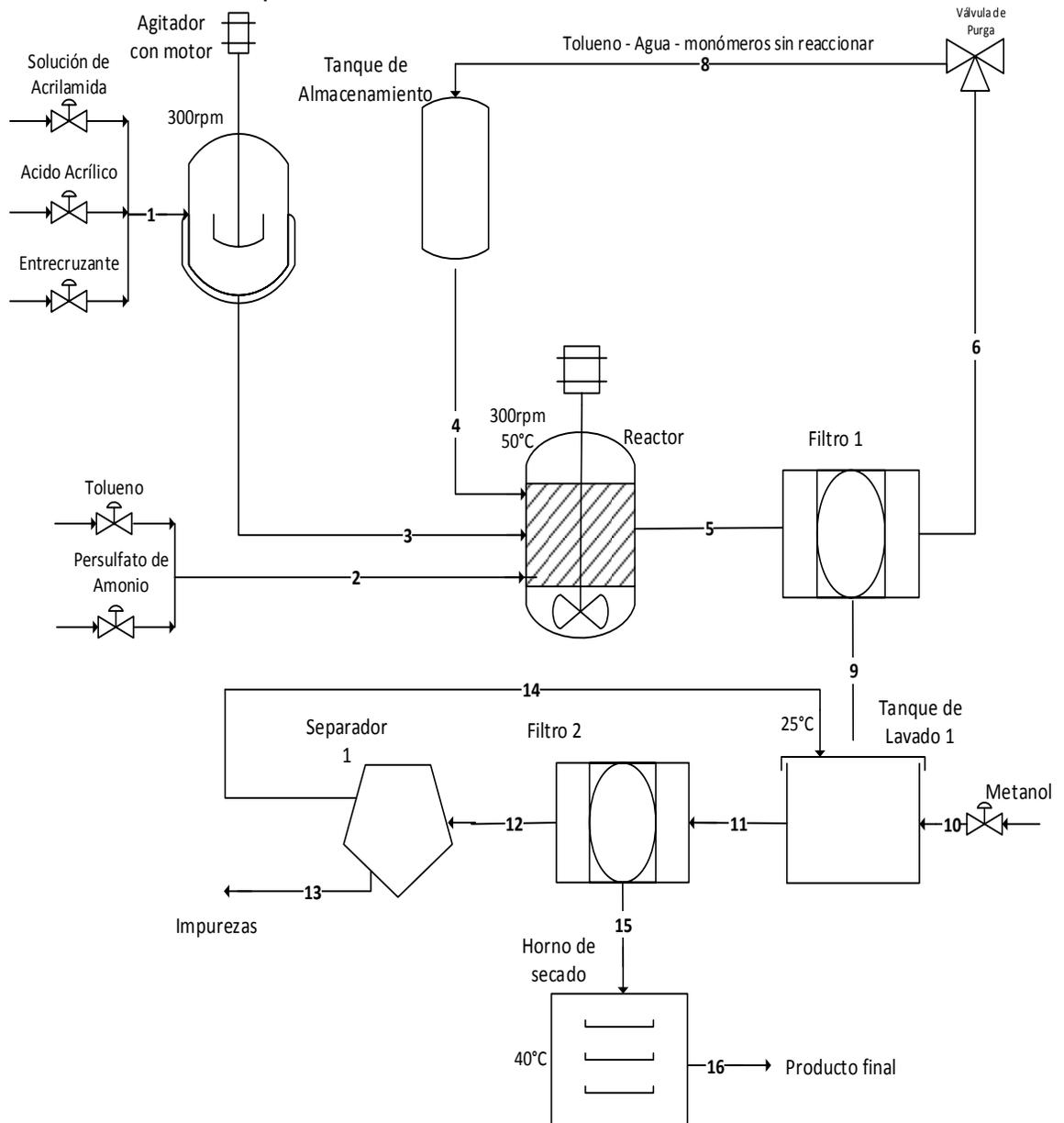


En la figura 25 es posible observar que la fase acuosa es obtenida en un tanque con agitación, ésta solución es llevada mediante la corriente 3 hasta un reactor continuo agitado. Al reactor también llega la corriente 1 que contiene tolueno y persulfato de amonio fase orgánica y la corriente 4 que contiene el material recirculado que está compuesto principalmente de agua, monómero que no reacciono y tolueno.

El polímero sólido resultante del proceso de reacción es separado de los reactivos que no reaccionaron, agua y del solvente orgánico por medio de una filtración. La fase líquida obtenida es recirculada a un tanque de almacenamiento, posteriormente el polímero obtenido debe ser lavado en un tanque con metanol para obtener un

polímero con mayor grado de pureza y el metanol es recuperado mediante una columna de rectificación y recirculado al proceso (corriente 14).

Figura 25. Diagrama para la obtención de hidrogeles mediante la técnica de polimerización en suspensión



4.1.1 Mezclado. El hidrogel que presento la mayor capacidad de absorción fue obtenido a partir de una composición másica de 90% de acrilamida y 10% de ácido acrílico, y de agente entrecruzante 3% con respecto a la masa total de los monómeros.

El objetivo del mezclado es obtener una distribución homogénea de los monómeros y el agente entrecruzante dentro de un sistema líquido-líquido, para ello es propuesto el uso de un tanque cilíndrico vertical provisto de un agitador de hélice con un diámetro de 45 cm, según lo consultado en la bibliografía²⁹, debido a que la mezcla tiene una baja viscosidad igual a 20,8 cP (ver Tabla 1).

Es preciso determinar la potencia que requiere el motor de agitación, para obtener la mezcla deseada, las variables que influyen sobre el consumo de la potencia son: la viscosidad (μ), la densidad (ρ), la velocidad de giro (n), y el diámetro del rodete (D_a). Estos datos son mostrados en la tabla 11, donde la velocidad de giro es la velocidad usada en los ensayos de laboratorio y el diámetro de rodete es un supuesto basado en la bibliografía.

Tabla 11. Datos necesarios para calcular la potencia

| | |
|---|--------------|
| Densidad (g/cm³) | 1.040 |
| Viscosidad (g/cm*s) | 0.208 |
| n (rpm) | 300 |
| n (cm/s) | 471.239 |
| D_a (cm) | 45 |
| g (m/s²) | 9.8 |
| g_c (kg*m) / (N*s²) | 0.969 |

Fue necesario calcular los siguientes números adimensionales: número de Reynolds de mezclado (Re) (Ecuación 6), que representa una magnitud relativa de los esfuerzos inerciales con respecto a los esfuerzos viscosos y el número de Froude (Fr) (Ecuación 7), que es la relación entre la fuerza de inercia de mezclado y la fuerza de gravedad.

Ecuación 6. Número de Reynolds de mezclado

$$Re = \frac{n D_a^2 \rho}{\mu}$$

²⁹ McCabe, Warren. 'OPERACIONES BÁSICAS DE INGENIERÍA QUÍMICA'. 1980. Páginas 260-270

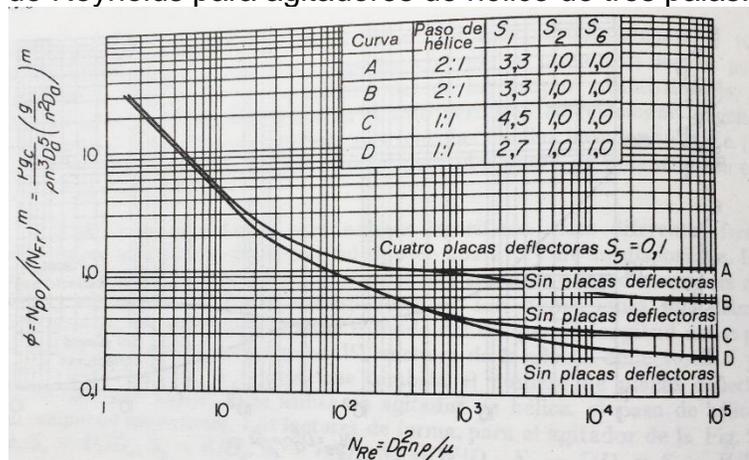
Ecuación 7. Número de Froude

$$Fr = \frac{D_a n^2}{g}$$

Reemplazando los datos de la tabla 11 en la ecuación 6 y 7, fue obtenido un número de Reynolds de 71.576×10^5 lo que indica que los efectos viscosos son despreciables frente a los de inercia y genera un flujo turbulento y un número de Froude de 22.943×10^7 .

Con el número de Reynolds y la figura 26, fue hallada la función de potencia (ϕ), siendo esta igual a 0.7.

Figura 26. Función de potencia (ϕ) frente a Número de Reynolds para agitadores de hélice de tres palas.



Fuente: Rushton, Costich y Everett.³⁰

Ecuación 8. Ecuación de la función de potencia

$$\phi = \frac{N_{po}}{Fr^m}$$

Ecuación 9. Ecuación para hallar m

$$m = \frac{a - \log Re}{b}$$

El exponente m de la ecuación 8, está relacionado empíricamente con el número de Reynolds, mediante la ecuación 9, siendo a y b constantes (2.3 y 18 respectivamente) que pueden ser determinadas según la curva A presente en la figura 26.

³⁰ Rushton, J. H., E.W. Costich y H.J. Everett: Chem. Eng. Progr, págs. 395 y 467. (1950)

Reemplazando los datos de la ecuación 8 en la 7 y despejando la potencia, obtenemos que la potencia necesaria para que haya una mezcla homogénea a 300 rpm es de 53.614 W.

4.1.2 Gelificación. En esta operación ocurre la reacción, donde el agente entrecruzante permite la unión de las cadenas de los monómeros formando una estructura reticulada hidrófila, la unión de los monómeros es dada por la formación de puentes de hidrogeno entre el grupo amida y el grupo carboxílico, donde estos liberan protones y dan lugar a enlaces de hidrogeno (Figura 27), esto ocurre a bajas temperaturas y esta formación incrementa los puntos físicos del entrecruzamiento del copolímero.

En la reacción están involucradas tres fases: la fase orgánica, acuosa y el sólido del polímero formado, por tanto, es recomendado un reactor CSTR. Para que la suspensión sea llevada a cabo, debe haber un solvente orgánico lo suficientemente denso para garantizar la dispersión, en este caso fue escogido el tolueno, adicional a este componente debe haber un iniciador, persulfato de amonio. La reacción es llevada a cabo a una temperatura de 50 °C para evitar la degradación del iniciador. El porcentaje másico del iniciador corresponde al 0.5% con respecto a la masa total de los monómeros.

La reacción de polimerización de la acrilamida es representada en la figura 28 y la copolimerización acrilamida – ácido acrílico en la figura 29, ambas son exotérmicas; como el agente entrecruzante es desconocido por los autores es incierta su estructura molecular, por lo tanto, fue realizado un supuesto. Al finalizar la gelificación se obtiene un polímero absorbente sólido.

Figura 27. Unión de un polímero a través de puentes de hidrógeno.

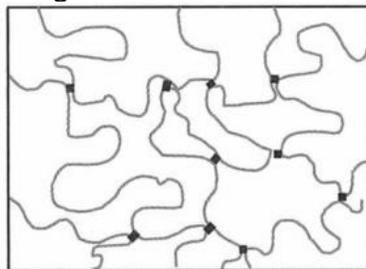
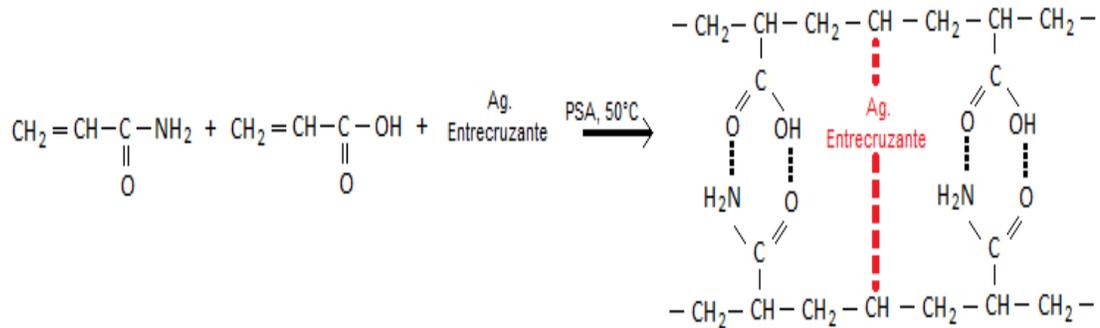


Figura 28. Copolimerización de acrilamida y ácido acrílico

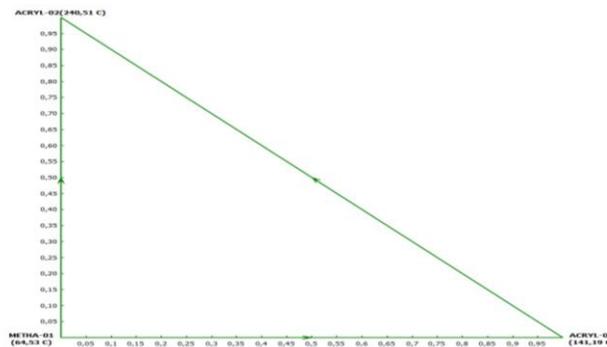


4.1.3 Filtración. El tamaño del sólido depende del tiempo de reacción y de la velocidad de agitación, según la longitud equivalente del polímero obtenido a nivel laboratorio, que fue de 0.049cm, y con una densidad de 1.626 g/cm³ por lo que los sólidos se encontrarán suspendidos en la mezcla al ser su densidad mayor que la del líquido, por ello, es necesario hacer una separación de fases.

Mediante una filtración son separados los sólidos insolubles de líquido y es recomendado un equipo de filtros tambores rotatorios, debido a que es un equipo de operación automática y donde los sólidos separados son desplazados debido al movimiento rotacional de la superficie filtrante, cayendo a un depósito de recolección donde posteriormente son llevados a un lavado y el filtrado a un tratamiento para recuperación.

4.1.4 Lavado. Es realizado con metanol ya que éste solvente presenta una volatilidad moderada, lo que permite que pueda retirarse del polímero con facilidad, además como es observado en el diagrama ternario la acrilamida, ácido acrílico y metanol (Figura 29) son compuestos miscibles.

Figura 29. Diagrama ternario acrilamida - ácido acrílico – metanol



Simulado en ASPEN Plus V8 NTRL a condiciones estándar (25°C, 560mmHg) Luego debe ser realizada nuevamente una filtración para retirar las impurezas y los excesos del material que no reaccionó.

4.1.5 Separación. Luego del lavado y la filtración debe hacerse una separación para recuperar el metanol el cual es recirculado al proceso de lavado para ser utilizado nuevamente. De acuerdo a los diagramas binarios y las curvas de residuo (ver figuras 30 - 40) es posible obtener cada uno de los compuestos con una alta pureza puesto que no presentan azeótropos, exceptuando la mezcla acrilamida – agua que presenta un azeótropo, pero es posible despreciarlo debido a que ocurre en una baja composición.

Los diagramas T-xy fueron simulados en ASPEN Plus V8. UNIFAC a condiciones estándar (25°C, 560mmHg)

Figura 30. Diagrama T-xy ácido acrílico – acrimlamida

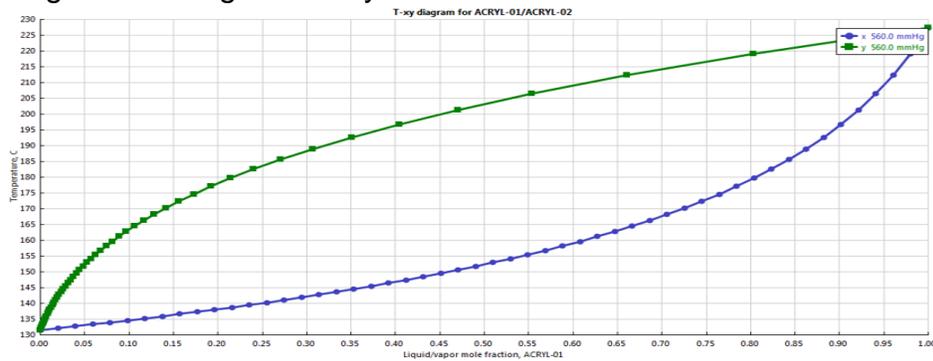


Figura 31. Diagrama T-xy ácido acrílico – agua

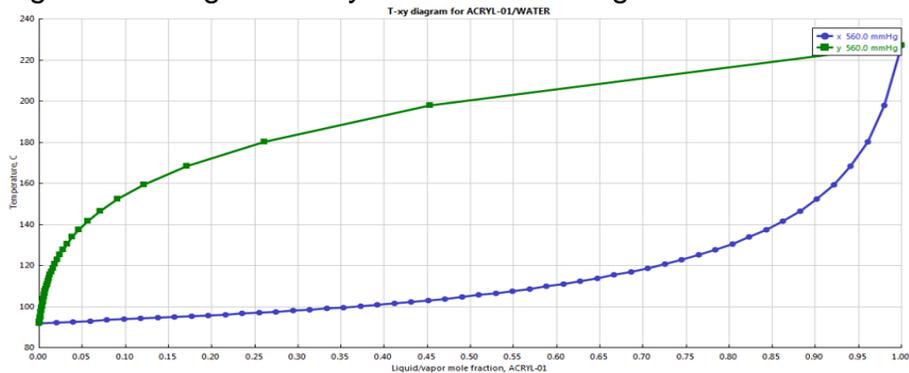


Figura 32. Diagrama T-xy acrilamida – agua

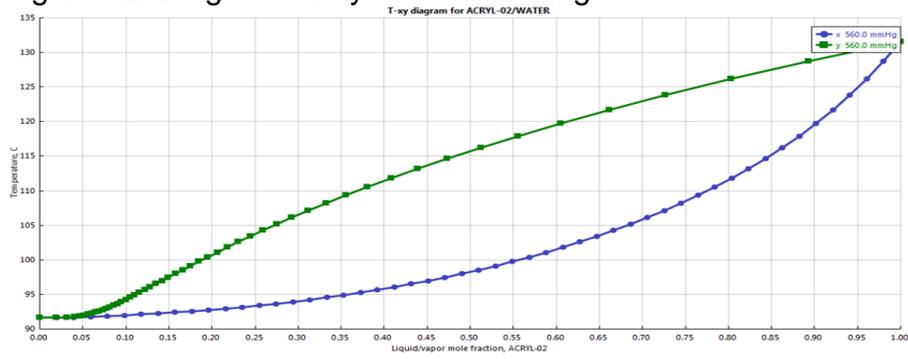


Figura 33. Diagrama T-xy ácido acrílico – tolueno

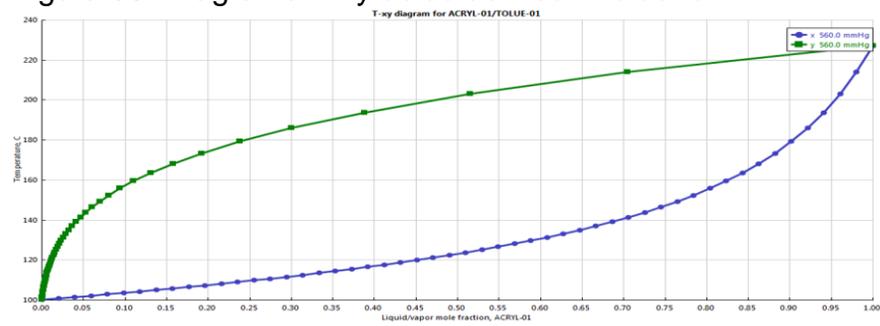


Figura 34. Diagrama T-xy acrilamida – tolueno

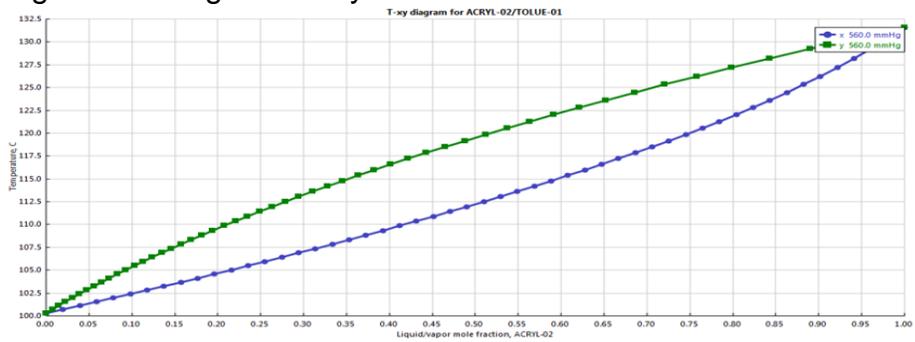


Figura 35. Diagrama T-xy ácido acrílico – metanol

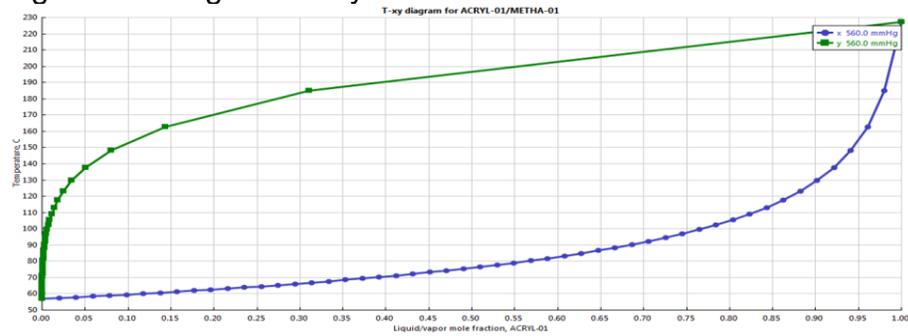
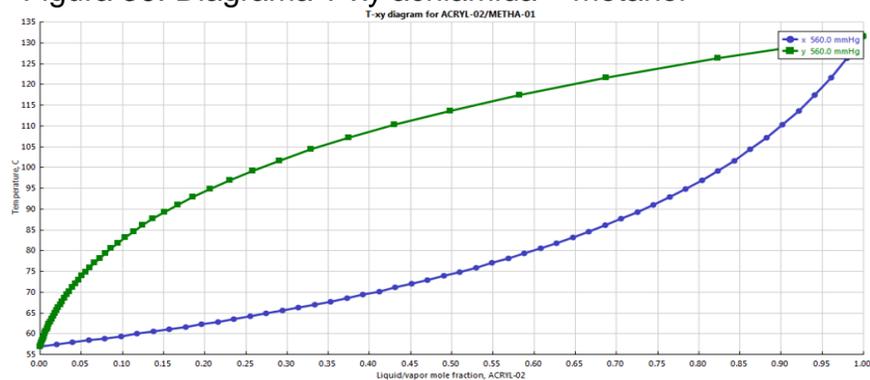


Figura 36. Diagrama T-xy acrilamida – metanol



Las curvas residuales muestran el comportamiento de los componentes en una separación convencional, reflejando los cambios en la composición líquida durante el proceso.

Figura 37. Curva residual para la mezcla ácido acrílico - acrilamida – tolueno

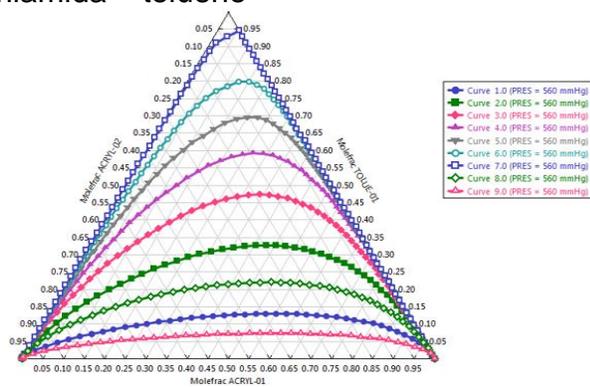


Figura 38. Curva residual para la mezcla ácido acrílico - acrilamida – agua

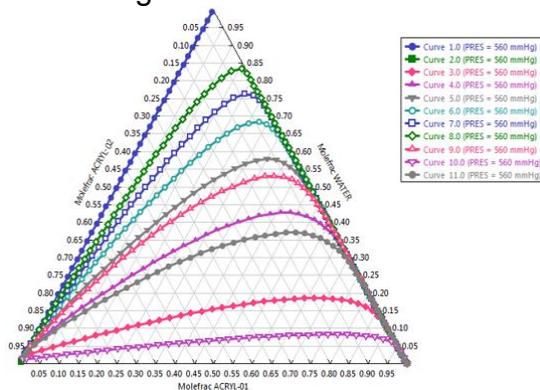
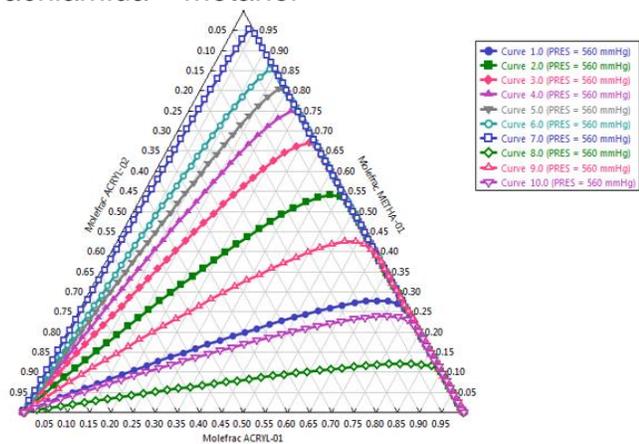


Figura 39. Curva residual para la mezcla ácido acrílico - acrilamida – metanol



4.1.6 Secado. Las partículas obtenidas deben ser secadas, mediante un horno a una temperatura de 40°C, durante un tiempo de 18 horas, las partículas deben ser inspeccionadas cada 4 horas para verificar su aspecto físico, para garantizar la remoción completa de los solventes de lavado.

5. ANÁLISIS DE COSTOS

Para llevar a cabo el proceso de obtención de hidrogeles a nivel laboratorio fueron necesarias materias primas como monómeros, solvente orgánico, agente entrecruzante e iniciador, en diferentes proporciones, además fue necesario el uso de algunos recursos como luz y agua. En este capítulo son especificados los costos de las materias primas, la mano de obra y los costos indirectos del proceso.

5.1 MATERIAS PRIMAS

Tomando una base de cálculo de 93.15 g de producto final (polímero absorbente), fue realizado un supuesto de recirculación del 90% de tolueno en el proceso; para la obtención de hidrogel es necesario realizar 15 lotes, donde es necesario una inversión inicial de 300 mL de tolueno, de los cuales son recirculados 270 mL (tabla 12).

Tabla 12. Recirculación del tolueno en el proceso.

| Lote | Volumen (mL) | Masa (kg) |
|------|--------------|-----------|
| 1 | 300 | 0,26 |
| 2 | 30 | 0,03 |
| 3 | 30 | 0,03 |
| ... | ... | ... |
| 14 | 30 | 0,03 |
| 15 | 30 | 0,03 |

Tabla 13. Costo de materias primas

| Insumos | Valor (\$/kg)* | Masa (kg) | Valor total (\$)* |
|----------------------|----------------|--------------|-------------------|
| Ácido acrílico | 5800 | 0,06 | 348 |
| Acrilamida | 7100 | 0,54 | 3834 |
| Agua | 3200 | 1,5 | 4800 |
| Entrecruzante | 38000 | 0,018 | 684 |
| Persulfato de amonio | 6200 | 0,003 | 18,6 |
| Tolueno | 7300 | 9,362 | 68342.6 |
| | | TOTAL | 78027.2 |

* Cifras en pesos colombianos

La tabla 13 muestra la cantidad de materia prima necesaria para el proceso de obtención y su costo correspondiente, esta última información fue suministrada por Preflex S.A.

5.2 MANO DE OBRA

Para llevar a cabo la producción del xerogel a nivel laboratorio, se tiene en cuenta la hora de trabajo y de investigación de 2 personas (autores); la hora de trabajo tiene un costo de \$7.300 por persona y el tiempo en el que se llevó a cabo el proceso de obtención del xerogel fue de 560 horas, alcanzando así un costo total de \$4'088.000 por persona.

5.3 COSTOS INDIRECTOS

La cantidad de energía que fue consumida en el proceso fue la potencia máxima indicada en cada equipo, el tiempo de uso y el costo por KW que es cobrado regularmente en una industria con contribución de nivel 2. En la tabla 14, se muestran los costos de energía incurridos para la obtención del xerogel.

Tabla 14. Costo de energía

| Equipo | Kw consumido/h** | Tiempo (h) | Valor del Kw (\$)* | Valor de Kw consumido (\$)* | Valor total (\$)* |
|---------------------------|-------------------------|-------------------|---------------------------|------------------------------------|--------------------------|
| Manta | 12.1 | 3 | 423 | 5,119 | 15,357 |
| Motor del agitador | 0.275 | 3 | 423 | 116 | 349 |
| Plancha | 3.32 | 1 | 423 | 1,405 | 1,405 |
| | | | | TOTAL | 17,111 |

* Cifras en pesos colombianos

** Tarifa de energía eléctrica reguladas por la comisión de regulación de energía y gas marzo-abril 2016.

Además del agua utilizada específicamente en el proceso, también es necesario hacer uso de la misma para realizar la limpieza tanto de los equipos como del laboratorio en general, lo cual tiene un costo aproximado de \$3.200/m³, es decir que el costo total del agua es de \$128.000.

Tabla 15. Costo total para la obtención de 93.15 g de hidrogel a nivel laboratorio.

| | Valor (\$)* |
|----------------|--------------------|
| Insumos | 78,027 |
| Energía | 17,111 |
| Agua | 128,000 |
| TOTAL | 223,138 |

* Cifras en pesos colombianos

La tabla 15 muestra el costo total para producir 93.15 g de hidrogel a nivel laboratorio es de COP \$223,138 (sin contar la mano de obra), por otro lado, el costo promedio de la misma cantidad de hidrogel comercial es de COP \$6,986.

6. CONCLUSIONES

- El hidrogel comercial 1 es un polímero compuesto de acrilamida y acrilato de potasio y tiene una capacidad de absorción de 46.578 gA/gX, por otro lado, el hidrogel comercial 2 compuesto de poliácido de sodio tiene una capacidad de absorción de 250.429 gA/gX, comparados con el hidrogel P(Am-co-AAc)90 con una composición másica de 90% acrilamida y 10% ácido acrílico, obtenido a nivel laboratorio, que tiene una capacidad de absorción de 31.264 gA/gX. El producto obtenido a nivel laboratorio, por su baja capacidad de absorción no es competente con los polímeros comerciales, por lo que, bajo las condiciones operadas en el presente proyecto, no es factible técnicamente llevar una producción de estos a gran escala en la empresa Preflex S.A.
- La capacidad de absorción se ve influenciada por la cantidad de ácido acrílico presente en el polímero y a medida que incrementaba la composición del ácido, la capacidad de absorción disminuía, el hidrogel P(Am-co-AAc)90 tiene una capacidad de absorción de 31.264 gA/gX y el hidrogel P(Am-co-AAc)60 de 9.846 gA/gX, por lo cual, es posible decir que los grupos carboxílicos presentes en el ácido acrílico hacen que cambie la estructura molecular y disminuya su capacidad de absorción.
- El tamaño y densidad de partícula del hidrogel P(Am-co-AAc)90 es de 0.031 cm y 1.626 g/cm³ respectivamente, siendo similar con el hidrogel comercial 1 que tiene una longitud equivalente de 0.040 cm y una densidad de 1.658 g/cm³, lo que permite inferir que la técnica usada para la polimerización probablemente sea similar, ya que lo que determina estas propiedades es el tiempo de reacción y la velocidad de agitación; aunque es preciso decir que sus composiciones son diferentes.
- Mediante la técnica de polimerización en suspensión fue obtenido un polímero absorbente, que, aunque tenga una baja capacidad de absorción, indica que el método es viable, por lo que fueron propuestas las operaciones unitarias de mezclado, donde fue determinada la potencia requerida (53.614 W) para obtener una mezcla homogénea, la gelificación que es la etapa donde se mezclan las tres fases para reaccionar y es necesario un reactor CSTR, la filtración para que separen los polímeros sólidos del líquido, mediante un tambor rotatorio y finalmente un lavado, una separación y un secado, donde fue escogido el metanol debido a su miscibilidad con los monómeros según muestra el diagrama ternario, la fácil separación debido a su bajo punto de ebullición y fácil recuperación mediante una rectificación al no presentar azeótropos con los monómeros.

- El costo de 93.15 g de hidrogel obtenido a nivel laboratorio es 32 veces más que el costo de un hidrogel comercial, por ende, no es factible económicamente el proyecto por este método.

7. RECOMENDACIONES

- Evaluar e identificar, mediante un diseño de experimentos, la velocidad de la reacción y el porcentaje de agente entrecruzante adecuados para obtener un hidrogel con mayor área superficial y determinar la influencia en la capacidad de absorción.
- Utilizar un agente de superficie activa, que permita que las partículas finas no se adhieran entre sí durante la polimerización en suspensión.
- Realizar un tratamiento de disminución de tamaño de partícula al final del proceso, para aumentar el área de contacto de la partícula con el agua, basados en el tamaño de la partícula y capacidad de absorción del hidrogel comercial 2.
- Al obtener un polímero con una capacidad de absorción competente con los comerciales, es recomendado realizar un escalado en planta piloto, para determinar variables que permitan evaluar la transferencia de calor, lo cual es importante debido a que la reacción es exotérmica.

BIBLIOGRAFÍA

AHMED, Enas. Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review. En: JOURNAL OF ADVANCED RESEARCH.

ALI, Mohammad; BASSAM, M. y SPEIGHT, James. Handbook of Industrial Chemistry: Organic Chemicals. McGraw-Hill, 2005. ISBN 9780071410373

Anisha Singh, et al. Hydrogels: A review. vol. 4, no. 2.

ASH, Michael y ASH, Irene. Handbook of Green Chemicals. 2nd ed. Estados Unidos: 2004. ISBN 1-890595-79-9

ASUA, J. M. Polymer Reaction Engineering. Blackwell Publishing, 2007.

BARÓN, A., et al. Evaluación De Hidrogeles Para Aplicaciones Agroforestales. En: Revista Ingeniería E Investigación. vol. 27, no. 3.

BEJARANO, L., et al. Síntesis y estudio de hidrogeles obtenidos a partir de acrilamida, poli (ácido acrílico) y ácido maleico como potenciales remediadores de contaminantes metálicos en aguas residuales. en: revista iberoamericana de polímeros. vol. 9, no. 3.

CASTILLO RODRÍGUEZ, Andrea Carolina y GUARÍN ALBORNOZ, Jennifer. Evaluación De La Factibilidad De Obtención De Un Compuesto Absorbente En Bioplast S.A. Bogotá, D.C.: Fundación Universidad de América, 2015.

CORTÉS, Andrés, et al. Evaluación de hidrogeles para aplicaciones agroforestales. En: REVISTA INGENIERÍA e INVESTIGACIÓN. vol. 27, p. 35-44

CRACIUN, Gabriela, et al. Synthesis and Characterization of Poly(Acrylamide-co-Acrylic Acid) Flocculant Obtained by Electron Beam Irradiation. vol. 18, no. 5,

DE SOUZA, M., et al. Hidrogeles de poli(acrilamida): evaluación de su comportamiento en fluido fisiológico simulado (SBF). En: REVISTA IBEROAMERICANA DE POLÍMEROS. vol. 15, no. 4,

ESCOBAR, J., et al. Influencia de la temperatura y la composición de los copolímeros sobre el proceso de hinchamiento en hidrogeles de poli-(n-isopropilacrilamida-co-n,n,dimetilacrilamida). en: revista iberoamericana de polímeros. vol. 4, no. 4,

ESTRADA, R., et al. Hidrogeles biopoliméricos potencialmente aplicables en agricultura. en: revista iberoamericana de polímeros. vol. 12, no. 2,

EXTECH, INSTRUMENTS. [Electronic(1)]. [Consultado el marzo 012016]. Disponible en: <http://www.extech.com.es/instruments/product.asp?catid=38&prodid=177>

FISHER, Jhon; MATSUMARA, Shuichi y KAIHARA, Sachiko. Synthesis and characterization of cyclic acetal based degradable hydrogels. En: EUR J PHARM BIOPHARM. vol. 68, no. 1, p. 67-73

FURGIUELE, Aida; GÓMEZ, María y SABINO, Marcos. Obtención y caracterización de hidrogeles usando oligosacáridos de quitosano para fines biomédicos. en: revista latinoamericana de metalurgia y materiales.

GLOSH, Premamoy. Polymer Science and Technology: Plastics, Rubbers, Blends and Composites. McGraw-Hill, 2011. ISBN 9780070707047

GONZÁLEZ, Nain, et al. Estudio de la síntesis y caracterización de hidrogeles semi-ípn obtenidos a partir de poliacrilamida y el biopolímero poli(hidroxibutirato-co-hidroxivalerato).

GREEN, Steven y STOTT, D. E. Polyacrilamide: A Review of the use, effectiveness, and cost of Soil Erosion control amendment.

GUGLIOTTA, L. M. Control of particle size distribution in latices through periodic operation of continuous emulsion polymerization reactors.

GÜIZA, Viviana. Síntesis, Caracterización y Preparación De Hidrogeles a Partir De Polietilenglicol Diacrilado (Pegda) y Colágeno Tipo i y Su Potencial Aplicación En Ingeniería De Tejidos. Bucaramanga.: Universidad Industrial de Santander, 2009.

HOSSEIN, Omidian y KINAM, Park. Hydrogels. En: Springer. Fundamentals and Applications of Controlled Release Drug. Nueva York: 2012. 75 p.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS. Documentación. Presentación de tesis, trabajos de grado y otros trabajos de investigación. NTC 1486. Sexta actualización. Bogotá: El Instituto, 2008.

_____. Referencias bibliográficas, contenido, forma y estructura. NTC 5613. Bogotá: El Instituto, 2008.

_____. Referencias documentales para fuentes de informaciones electrónicas. NTC 4490. Bogotá: El Instituto, 1998.

KABIRI, Koroush y ZOHURIAAN. MEHR, Jalal. Superabsorbente hydrogels from concentrated solution terpolymerization. En: IRANIAN POLYMER JOURNAL. vol. 13, no. 5, p. 423-430

KATIME, I.; KATIME, O., y KATIME, D. Los materiales inteligentes de este milenio: Los hidrogeles macromoleculares. Síntesis, propiedades y aplicaciones.

LLOREDA, Sergio. El proceso de polimerización por suspensión inversa del ácido acrílico y acrilamida. En: REVISTA INGENIERÍA e INVESTIGACIÓN. vol. 25, no. 1, p. 63-71

LÓPEZ, Orlando. Efecto De Un Enraizador y Un Hidrogel Sobre El Suelo y La Producción De Trigo, En Poncitlán, Jalisco. México.: Universidad Autónoma de Chapingo, 2007.

MORENO, Rafael, et al. Evaluación de hidrogeles de poli (acrilamida-co-metil metacrilato) sintetizados en diferentes solventes. en: revista latinoamericana de metalurgia y materiales. p. 43-44

NAVARRO, Enrique. Diseño De Una Planta Depuradora De Efluentes Con Alto Contenido Metálico Para Una Empresa De Galvanizados. Universidad de Cádiz, 2008.

ORTÍZ, L., et al. Síntesis y caracterización de hidrogeles obtenidos a partir de acrilamida y metilcelulosa. En: REVISTA IBEROAMERICANA DE POLÍMEROS. vol. 7, no. 4,

Raimond B. Seymour. Introducción a La Química De Los Polímeros. Barcelona: Reverté, 1995. 689 p. ISBN 84-291-7926-7

RAVVE, A. Free-Radical Chain-Growth Polimerization. En: [Anónimo] Principles of Polymer Chemistry. 2012.

RINTOUL, Ignacio y WANDREY, Christine. Polymerization of ionic monomers in polar solvents: Kinetics and mechanism of the free radical copolymerization of acrylamide/acrylic acid. En: SCIENCE DIRECT POLYMER. vol. 45,

ROGEL, Eduard, et al. Preparación de hidrogeles anfifílicos sensibles a diferentes valores de pH utilizando monómeros ácidos con espaciadores hidrofóbicos. En: REVISTA DE LA SOCIEDAD QUÍMICA DE MÉXICO. vol. 47, no. 3, p. 251-257

ROJAS, B., et al. Síntesis y caracterización de hidrogeles copoliméricos obtenidos a partir de acrilamida, ácido maleico y ácido acrílico. En: REVISTA IBEROAMERICANA DE POLÍMEROS. vol. 9, no. 3,

ROJAS, Luis; EL HALAH, Amal y CONTRERAS, Jesús. Estudio preliminar de la copolimerización de acrilamida con el itaconato de mono y dimetoxietilo. Avances en Química, 6(2), 21-28, 2011. 2011.

SÁEZ, Virginia y HERNÁNDEZ, Lucio. Liberación controlada de fármacos. Hidrogeles. En: REVISTA IBEROAMERICANA DE POLÍMEROS. vol. 4, no. 1,

SEYMOUR, Raimond y CARRAHER, Charles. Introducción a La Química De Los Polímeros. Barcelona: Reverté, 1998.

SOTO, Diana y OLIVA, Haydeé. Métodos para preparar hidrogeles químicos y físicos basados en almidón: una revisión. En: REVISTA LATINOAMERICANA DE METALURGIA y MATERIALES. vol. 32, no. 2,

VILLARROEL, Haidetty. Estudio De Los Polímeros Hidrogeles Sintetizados a Partir De Acrilamida Con El Biopolímero Poli(3-Hidroxibutirato) y El Ácido Acrílico. Cumaná.: Universidad de Oriente, 2009.

ZHANG, Yudong. Preparation of Copolymers of Acrylic Acid and Acrylamide for Copper (II) Capture from Aqueous Solutions. Canadá.: University of Waterloo, 2009.

ANEXOS

ANEXO A
 TABLA DE DATOS EXPERIMENTALES PARA HALLAR LA LONGITUD
 EQUIVALENTE PROMEDIO DE LOS HIDROGELES COMERCIALES 1.

| Ancho (cm) | Largo (cm) | Alto (cm) | Radio (cm) | Le (cm) |
|-----------------------|-----------------------|------------------|-------------------|----------------|
| 0,45 | 0,55 | 0,248 | 0,225 | 0,059 |
| 0,34 | 0,56 | 0,190 | 0,170 | 0,045 |
| 0,36 | 0,5 | 0,180 | 0,180 | 0,045 |
| 0,35 | 0,54 | 0,189 | 0,175 | 0,045 |
| 0,415 | 0,55 | 0,228 | 0,208 | 0,054 |
| 0,355 | 0,64 | 0,227 | 0,178 | 0,050 |
| 0,14 | 0,22 | 0,031 | 0,070 | 0,011 |
| 0,305 | 0,54 | 0,165 | 0,153 | 0,040 |
| 0,4 | 0,47 | 0,188 | 0,200 | 0,048 |
| 0,23 | 0,3 | 0,069 | 0,115 | 0,022 |
| 0,23 | 0,53 | 0,122 | 0,115 | 0,030 |
| 0,255 | 0,51 | 0,130 | 0,128 | 0,032 |
| 0,315 | 0,5 | 0,158 | 0,158 | 0,039 |
| 0,4 | 0,43 | 0,172 | 0,200 | 0,046 |
| 0,3 | 0,5 | 0,150 | 0,150 | 0,038 |
| 0,245 | 0,465 | 0,114 | 0,123 | 0,030 |
| 0,3 | 0,434 | 0,130 | 0,150 | 0,035 |
| 0,2 | 0,405 | 0,081 | 0,100 | 0,022 |
| 0,36 | 0,51 | 0,184 | 0,180 | 0,045 |
| 0,3 | 0,545 | 0,164 | 0,150 | 0,039 |

ANEXO B
 TABLA DE DATOS EXPERIMENTALES PARA HALLAR LA LONGITUD
 EQUIVALENTE PROMEDIO PARA LOS HIDROGELES COMERCIALES 2

| Ancho (cm) | Radio (cm) | Le (cm) |
|-------------------|-------------------|----------------|
| 0,045 | 0,023 | 0,008 |
| 0,040 | 0,020 | 0,007 |
| 0,060 | 0,030 | 0,010 |
| 0,040 | 0,020 | 0,007 |
| 0,065 | 0,033 | 0,011 |
| 0,060 | 0,030 | 0,010 |
| 0,075 | 0,038 | 0,013 |
| 0,030 | 0,015 | 0,005 |
| 0,080 | 0,040 | 0,013 |
| 0,070 | 0,035 | 0,012 |
| 0,050 | 0,025 | 0,008 |
| 0,065 | 0,033 | 0,011 |
| 0,055 | 0,028 | 0,009 |
| 0,055 | 0,028 | 0,009 |
| 0,045 | 0,023 | 0,008 |
| 0,050 | 0,025 | 0,008 |
| 0,065 | 0,033 | 0,011 |
| 0,100 | 0,050 | 0,017 |
| 0,030 | 0,015 | 0,005 |
| 0,050 | 0,025 | 0,008 |

ANEXO C
 TABLA DE DATOS EXPERIMENTALES EN DIFERENTES TIEMPOS PARA LOS
 HIDROGELES COMERCIALES.

| Tiempo (min) | Masa HC 1 con retención de agua (g) | Masa HC 2 con retención de agua (g) | A de HC 1 (gA/gX) | A de HC 2 (gA/gX) |
|---------------------|--|--|--------------------------|--------------------------|
| 10 | 5,782 | 74,111 | 13,455 | 184,278 |
| 20 | 9,0725 | 92,370 | 21,681 | 229,924 |
| 30 | 10,143 | 94,172 | 24,358 | 234,430 |
| 40 | 11,253 | 96,227 | 27,133 | 239,568 |
| 50 | 11,7905 | 99,603 | 28,476 | 248,008 |
| 60 | 12,3665 | 99,963 | 29,916 | 248,908 |
| 70 | 13,4965 | 100,722 | 32,741 | 250,805 |
| 80 | 14,116 | 100,572 | 34,290 | 250,429 |
| 90 | 14,556 | --- | 35,390 | --- |
| 100 | 16,069 | --- | 39,173 | --- |
| 110 | 17,069 | --- | 41,673 | --- |
| 120 | 18,497 | --- | 45,242 | --- |
| 130 | 18,892 | --- | 46,230 | --- |
| 140 | 19,031 | --- | 46,578 | --- |

ANEXO D
 TABLA DE DATOS EXPERIMENTALES DE LA RETENCIÓN DE HUMEDAD
 PRESENTE EN EL AIRE EN LOS HIDROGELES.

| Peso con humedad (g) | |
|---------------------------------|---------------------------------|
| Hidrogel Comercial 1 | Hidrogel Comercial 2 |
| 0,429 | 0,512 |
| 0,427 | 0,484 |
| 0,689 | 0,491 |
| 0,424 | 0,500 |
| 0,446 | 0,492 |
| 0,432 | 0,453 |
| 0,432 | 0,496 |
| 0,431 | 0,493 |
| 0,434 | 0,496 |
| 0,433 | 0,496 |
| 0,436 | 0,477 |
| 0,429 | 0,479 |
| 0,411 | 0,473 |
| 0,411 | 0,484 |
| 0,425 | 0,481 |
| 0,434 | 0,482 |
| 0,251 | 0,481 |
| 0,435 | 0,420 |
| 0,438 | 0,481 |
| 0,434 | 0,463 |

ANEXO E
 TABLA DE DATOS EXPERIMENTALES PARA HALLAR LA CAPACIDAD DE
 ABSORCIÓN EN AGUA A CAMBIOS DE PH EN LOS HIDROGELES
 COMERCIALES.

| pH | Hidrogel comercial 1 | | Hidrogel comercial 2 | |
|--------------|----------------------|--------|----------------------|---------|
| | Masa HRA (g) | A | Masa HRA (g) | A |
| 1,44 | 7,866 | 18,665 | 88,321 | 219,803 |
| 2,20 | 11,629 | 28,073 | 89,251 | 222,128 |
| 3,31 | 13,904 | 33,760 | 89,533 | 222,833 |
| 4,10 | 14,857 | 36,143 | 87,461 | 217,653 |
| 5,38 | 17,358 | 42,395 | 88,569 | 220,423 |
| 6,07 | 17,993 | 43,983 | 89,963 | 223,908 |
| 8,11 | 18,098 | 44,245 | 97,447 | 242,618 |
| 9,35 | 12,695 | 30,738 | 98,182 | 244,455 |
| 10,33 | 11,691 | 28,228 | 92,516 | 230,290 |
| 11,45 | 10,948 | 26,370 | 92,974 | 231,435 |

ANEXO F
 TABLA DE LOS DATOS EXPERIMENTALES PARA HALLAR LA LONGITUD
 EQUIVALENTE PROMEDIO DEL HIDROGEL P(AM).

| Ancho (cm) | Largo (cm) | Alto (cm) | Radio (cm) | Le (cm) |
|-------------------|-------------------|------------------|-------------------|----------------|
| 0,41 | 0,52 | 0,15 | 0,205 | 0,043 |
| 0,37 | 0,59 | 0,24 | 0,185 | 0,052 |
| 0,35 | 0,53 | 0,23 | 0,175 | 0,050 |
| 0,23 | 0,55 | 0,17 | 0,115 | 0,034 |
| 0,34 | 0,61 | 0,25 | 0,17 | 0,051 |
| 0,35 | 0,6 | 0,36 | 0,175 | 0,059 |
| 0,42 | 0,58 | 0,18 | 0,21 | 0,048 |
| 0,36 | 0,64 | 0,37 | 0,18 | 0,061 |
| 0,43 | 0,52 | 0,32 | 0,215 | 0,064 |
| 0,43 | 0,63 | 0,36 | 0,215 | 0,067 |
| 0,38 | 0,54 | 0,24 | 0,19 | 0,053 |
| 0,42 | 0,65 | 0,19 | 0,21 | 0,050 |
| 0,45 | 0,64 | 0,17 | 0,225 | 0,048 |
| 0,37 | 0,55 | 0,2 | 0,185 | 0,048 |
| 0,41 | 0,67 | 0,31 | 0,205 | 0,062 |
| 0,27 | 0,54 | 0,33 | 0,135 | 0,048 |
| 0,44 | 0,68 | 0,24 | 0,22 | 0,057 |
| 0,37 | 0,57 | 0,25 | 0,185 | 0,053 |
| 0,39 | 0,62 | 0,34 | 0,195 | 0,062 |
| 0,35 | 0,51 | 0,13 | 0,175 | 0,037 |

ANEXO G
 TABLA DE LOS DATOS EXPERIMENTALES PARA HALLAR LA LONGITUD
 EQUIVALENTE PROMEDIO DEL HIDROGEL P(AM-CO-AAC)90.

| Ancho (cm) | Largo (cm) | Alto (cm) | Radio (cm) | Le (cm) |
|-------------------|-------------------|------------------|-------------------|----------------|
| 0,44 | 0,41 | 0,324 | 0,22 | 0,066 |
| 0,415 | 0,57 | 0,22 | 0,2075 | 0,053 |
| 0,42 | 0,73 | 0,22 | 0,21 | 0,054 |
| 0,34 | 0,51 | 0,26 | 0,17 | 0,051 |
| 0,26 | 0,48 | 0,23 | 0,13 | 0,042 |
| 0,37 | 0,44 | 0,37 | 0,185 | 0,062 |
| 0,33 | 0,41 | 0,29 | 0,165 | 0,053 |
| 0,41 | 0,5 | 0,24 | 0,205 | 0,055 |
| 0,42 | 0,41 | 0,18 | 0,21 | 0,048 |
| 0,31 | 0,405 | 0,21 | 0,155 | 0,045 |
| 0,34 | 0,51 | 0,22 | 0,17 | 0,048 |
| 0,31 | 0,44 | 0,15 | 0,155 | 0,038 |
| 0,35 | 0,41 | 0,13 | 0,175 | 0,037 |
| 0,38 | 0,54 | 0,21 | 0,19 | 0,050 |
| 0,42 | 0,43 | 0,32 | 0,21 | 0,063 |
| 0,32 | 0,59 | 0,13 | 0,16 | 0,036 |
| 0,39 | 0,51 | 0,28 | 0,195 | 0,057 |
| 0,37 | 0,57 | 0,21 | 0,185 | 0,049 |
| 0,24 | 0,44 | 0,21 | 0,12 | 0,038 |
| 0,3 | 0,42 | 0,19 | 0,15 | 0,042 |

ANEXO H
 TABLA DE LOS DATOS EXPERIMENTALES PARA HALLAR LA LONGITUD
 EQUIVALENTE PROMEDIO DEL HIDROGEL P(AM-CO-AAC)80.

| Ancho (cm) | Largo (cm) | Alto (cm) | Radio (cm) | Le (cm) |
|-------------------|-------------------|------------------|-------------------|----------------|
| 0,34 | 0,76 | 0,47 | 0,17 | 0,062 |
| 0,44 | 0,66 | 0,35 | 0,22 | 0,068 |
| 0,42 | 0,69 | 0,43 | 0,21 | 0,071 |
| 0,38 | 0,63 | 0,33 | 0,19 | 0,060 |
| 0,44 | 0,52 | 0,34 | 0,22 | 0,067 |
| 0,41 | 0,48 | 0,38 | 0,205 | 0,067 |
| 0,44 | 0,56 | 0,41 | 0,22 | 0,072 |
| 0,39 | 0,51 | 0,27 | 0,195 | 0,057 |
| 0,37 | 0,43 | 0,34 | 0,185 | 0,060 |
| 0,33 | 0,46 | 0,31 | 0,165 | 0,054 |
| 0,31 | 0,71 | 0,24 | 0,155 | 0,047 |
| 0,36 | 0,54 | 0,35 | 0,18 | 0,059 |
| 0,32 | 0,44 | 0,17 | 0,16 | 0,041 |
| 0,42 | 0,55 | 0,21 | 0,21 | 0,053 |
| 0,42 | 0,56 | 0,35 | 0,21 | 0,066 |
| 0,31 | 0,41 | 0,15 | 0,155 | 0,038 |
| 0,38 | 0,44 | 0,42 | 0,19 | 0,065 |
| 0,32 | 0,45 | 0,25 | 0,16 | 0,049 |
| 0,34 | 0,58 | 0,36 | 0,17 | 0,058 |
| 0,41 | 0,63 | 0,42 | 0,205 | 0,069 |

ANEXO I
 TABLA DE LOS DATOS EXPERIMENTALES PARA HALLAR LA LONGITUD
 EQUIVALENTE PROMEDIO DEL HIDROGEL P(AM-CO-AAC)70.

| Ancho (cm) | Largo (cm) | Alto (cm) | Radio (cm) | Le (cm) |
|-------------------|-------------------|------------------|-------------------|----------------|
| 0,58 | 0,62 | 0,24 | 0,29 | 0,066 |
| 0,43 | 0,61 | 0,44 | 0,215 | 0,072 |
| 0,44 | 0,63 | 0,36 | 0,22 | 0,068 |
| 0,36 | 0,66 | 0,24 | 0,18 | 0,051 |
| 0,42 | 0,48 | 0,23 | 0,21 | 0,055 |
| 0,32 | 0,61 | 0,18 | 0,16 | 0,042 |
| 0,37 | 0,45 | 0,23 | 0,185 | 0,051 |
| 0,56 | 0,62 | 0,31 | 0,28 | 0,074 |
| 0,43 | 0,76 | 0,35 | 0,215 | 0,067 |
| 0,53 | 0,62 | 0,35 | 0,265 | 0,075 |
| 0,42 | 0,62 | 0,15 | 0,21 | 0,044 |
| 0,46 | 0,53 | 0,22 | 0,23 | 0,056 |
| 0,24 | 0,61 | 0,32 | 0,12 | 0,044 |
| 0,3 | 0,56 | 0,25 | 0,15 | 0,047 |
| 0,36 | 0,58 | 0,38 | 0,18 | 0,061 |
| 0,31 | 0,51 | 0,33 | 0,155 | 0,053 |
| 0,38 | 0,62 | 0,24 | 0,19 | 0,053 |
| 0,44 | 0,55 | 0,31 | 0,22 | 0,064 |
| 0,33 | 0,73 | 0,36 | 0,165 | 0,057 |
| 0,47 | 0,63 | 0,27 | 0,235 | 0,063 |

ANEXO J
 TABLA DE LOS DATOS EXPERIMENTALES PARA HALLAR LA LONGITUD
 EQUIVALENTE PROMEDIO DEL HIDROGEL P(AM-CO-AAC)60.

| Ancho (cm) | Largo (cm) | Alto (cm) | Radio (cm) | Le (cm) |
|-------------------|-------------------|------------------|-------------------|----------------|
| 0,27 | 0,64 | 0,18 | 0,135 | 0,039 |
| 0,35 | 0,46 | 0,23 | 0,175 | 0,050 |
| 0,35 | 0,48 | 0,17 | 0,175 | 0,043 |
| 0,42 | 0,61 | 0,24 | 0,21 | 0,056 |
| 0,33 | 0,45 | 0,16 | 0,165 | 0,041 |
| 0,36 | 0,42 | 0,28 | 0,18 | 0,055 |
| 0,31 | 0,42 | 0,15 | 0,155 | 0,038 |
| 0,29 | 0,48 | 0,12 | 0,145 | 0,033 |
| 0,28 | 0,52 | 0,24 | 0,14 | 0,044 |
| 0,35 | 0,32 | 0,16 | 0,175 | 0,042 |
| 0,29 | 0,47 | 0,19 | 0,145 | 0,041 |
| 0,33 | 0,51 | 0,25 | 0,165 | 0,050 |
| 0,27 | 0,43 | 0,12 | 0,135 | 0,032 |
| 0,31 | 0,49 | 0,2 | 0,155 | 0,044 |
| 0,34 | 0,55 | 0,17 | 0,17 | 0,043 |
| 0,42 | 0,54 | 0,18 | 0,21 | 0,048 |
| 0,35 | 0,39 | 0,24 | 0,175 | 0,051 |
| 0,31 | 0,42 | 0,17 | 0,155 | 0,041 |
| 0,2 | 0,56 | 0,23 | 0,1 | 0,035 |
| 0,22 | 0,41 | 0,11 | 0,11 | 0,028 |

ANEXO K
 TABLA DE DATOS EXPERIMENTALES DE LA RETENCIÓN DE AGUA EN LOS
 XEROGELES OBTENIDOS A NIVEL LABORATORIO.

| HRA (g) | | | | | | |
|----------------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Ensayo / tiempo (min) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 60 | 3,287 | 3,930 | 1,193 | 1,303 | 1,136 | 2,307 |
| 90 | 4,692 | 5,432 | 2,170 | 1,651 | 1,303 | 3,454 |
| 120 | 5,464 | 5,946 | 2,524 | 1,816 | 1,406 | 5,140 |
| 150 | 6,714 | 6,998 | 2,850 | 2,241 | 1,612 | 6,589 |
| 180 | 7,258 | 7,370 | 4,149 | 3,199 | 1,917 | 7,211 |
| 210 | 8,954 | 8,613 | 4,494 | 3,867 | 2,780 | 7,916 |
| 240 | 9,170 | 10,303 | 5,818 | 4,427 | 3,574 | 8,338 |
| 270 | 9,344 | 10,600 | 6,165 | 5,039 | 4,110 | 9,747 |
| 300 | 9,396 | 11,329 | 7,192 | 5,168 | 4,338 | 10,279 |
| 330 | 9,421 | 11,625 | 7,723 | 5,274 | --- | 10,630 |
| 360 | --- | 11,734 | 7,776 | 5,469 | --- | 11,358 |
| 390 | --- | 12,123 | 7,925 | 5,668 | --- | 11,862 |
| 420 | --- | 12,210 | 8,011 | --- | --- | 12,129 |
| 450 | --- | 12,528 | --- | --- | --- | 12,245 |
| 480 | --- | 12,846 | --- | --- | --- | --- |
| 510 | --- | 12,906 | --- | --- | --- | --- |

ANEXO L
 TABLA DE DATOS DE LAS CAPACIDADES DE ABSORCIÓN EN DIFERENTES
 TIEMPOS DE LOS HIDROGELES OBTENIDOS A NIVEL LABORATORIO.

| Ensayo / tiempo (min) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|--------------------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 60 | 7.791 | 8.825 | 1.975 | 2,257 | 1,840 | 4,766 |
| 90 | 12.163 | 12.580 | 4.426 | 3,128 | 2,258 | 7,635 |
| 120 | 13.805 | 13.865 | 5.311 | 3,539 | 2,515 | 11,849 |
| 150 | 18.679 | 16.494 | 6.126 | 4,603 | 3,031 | 15,473 |
| 180 | 20.011 | 17.425 | 9.373 | 6,997 | 3,793 | 17,028 |
| 210 | 21.384 | 20.532 | 10.235 | 8,668 | 5,950 | 18,789 |
| 240 | 23.645 | 24.759 | 13.546 | 10,067 | 7,936 | 19,846 |
| 270 | 24.080 | 25.500 | 14.412 | 11,598 | 9,275 | 23,368 |
| 300 | 24.782 | 27,322 | 16,980 | 11,919 | 9,846 | 24,698 |
| 330 | 24.851 | 28,063 | 18,308 | 12,184 | --- | 25,575 |
| 360 | --- | 28,336 | 18,440 | 12,673 | --- | 27,396 |
| 390 | --- | 29,307 | 18,812 | 13,170 | --- | 28,655 |
| 420 | --- | 29,526 | 19,028 | --- | --- | 29,322 |
| 450 | --- | 30,319 | --- | --- | --- | 29,613 |
| 480 | --- | 31,115 | --- | --- | --- | --- |
| 510 | --- | 31,264 | --- | --- | --- | --- |