

TABLA DE CONTENIDO

Disolución y reciclaje de residuos de poliestireno expandido utilizando aceite de pescado.....	2
Ácido Succínico utilizado como un Organocatalizador para la Síntesis de un Polímero Biodegradable	3
Colorantes Naturales Utilizados como Organocatalizadores en una Reacción de Polimerización	4
Síntesis y estudio de las propiedades opto-electrónicas y texturales del poli(2,5-bis(buta-2-iniloxi)benzoato que contiene el cromóforo 2-(etil(4-((4-nitrofenil)buta-1,3-diinil)fenil)amino)etanol)	5
Comparison of the adsorptive properties of polyelectrolytes for removal of textile dyes	6
Aplicación del DoE de mezclas en polimerización de monómeros acrílicos.....	11
Oligómeros Derivados de la Poli(ϵ -caprolactona) y Poli(δ -valerolactona).....	16

DISOLUCIÓN Y RECICLAJE DE RESIDUOS DE POLIESTIRENO EXPANDIDO UTILIZANDO ACEITE DE PESCADO

Ulises José Vargas Cruz a,b , Nadia Denis Gil Jasso a,b, Gabriela Soriano Giles a,b, Víctor Varela Guerrero a,b, María Fernanda Ballesteros Rivas a,b

a Universidad Autónoma del Estado de México, Facultad de Química, Paseo Colón S/N, Residencial Colón, 50120, Toluca de Lerdo, México

b Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM-UNAM, Carretera Toluca-Atlacomulco km 14.5, 50200, México

Contacto: ulisesvc1404@gmail.com

Resumen

Los residuos de poliestireno expandido contribuyen a la contaminación que tenemos hoy en día. Existen diversos métodos de reciclaje del poliestireno, pero estos son costosos y algunos pueden generar gases tóxicos como la incineración y el uso de solventes orgánicos que pueden resultar perjudiciales para el medio ambiente. En este trabajo se presenta un método de reciclaje de poliestireno expandido amigable con el medio ambiente y económico utilizando aceite de pescado, al cual se le realiza un proceso de transesterificación con metanol y el éster metílico del ácido graso obtenido es capaz de disolver el poliestireno y después se realiza un proceso de extracción-precipitación con metanol para recuperarlo y así poder utilizarlo en aplicaciones futuras.

Bibliografía

1. Hong, M., & Chen, E. (2017). Chemically recyclable polymers: a circular economy approach to sustainability. *Green Chemistry*, 19(16), 3692-3706. doi: 10.1039/c7gc01496a
 2. Zhao, Y., Lv, X., & Ni, H. (2018). Solvent-based separation and recycling of waste plastics: A review. *Chemosphere*, 209, 707-720. doi: 10.1016/j.chemosphere.2018.06.095
 3. Cristán Frías, A., & Ize, I., & Gavilán, A. (2003). La situación de los envases de plástico en México. *Gaceta Ecológica*, (69), 67-82.
- Figura 2
- Espectro FTIR del poliestireno expandido
 - Espectro FTIR de poliestireno recuperado
4. Hopewell, J., Dvorak, R., & Kosior, E. (2009). Plastics recycling: challenges and opportunities. *Philosophical Transactions Of The Royal Society B: Biological Sciences*, 364(1526), 2115-2126. doi: 10.1098/rstb.2008.0311
 5. Gil-Jasso, N., Segura-González, M., Soriano-Giles, G., Neri-Hipolito, J., López, N., & MasHernández, E. et al. (2019). Dissolution and recovery of waste expanded polystyrene using alternative essential oils. *Fuel*, 239, 611-616. doi: 10.1016/j.fuel.2018.11.055
 6. Noguchi T, Miyashita M, Inagaki Y, Watanabe H. A new recycling system for expanded polystyrene using a natural solvent. Part 1. A new recycling technique. *Packaging Technol Sci* 1998;11(1):19-27
 7. Shimadzu News. (2007). Identification and quantification of based biodiesel and blends [PDF] (pp.14-17). Retrieved from https://shimadzu.com.au/sites/default/files/FTIR_FAMEBiodiesel_News_3_2007_en.pdf
 8. Ortiz Tapia, M., García Alamilla, P., Lagunes Gálvez, L., Arregoitia Quezada, M., García Alamilla, R., & León Chávez, M. (2016). Biodiesel production from crude palm oil (*Elaeis guineensis* Jacq). Ascending path method application. *Acta Universitaria*, 26(5), 3-10. doi: 10.15174/au.2016.910
 9. Saltos, P., Chango, L., Aldás, M., & Quiroz, F. (2015). Reciclaje de Poliestireno Expandido por el Método de Disolución Precipitación. *Revista Politécnica*, 36(2), 80-88.

ÁCIDO SUCCÍNICO UTILIZADO COMO UN ORGANOCATALIZADOR PARA LA SÍNTESIS DE UN POLÍMERO BIODEGRADABLE

Luz Estefanía Meza Olvera¹ y José Eduardo Báez García,¹

¹Departamento de Química, Universidad de Guanajuato (UG), Col. Noria Alta S/N, Guanajuato, Gto.
36050 México. Correo electrónico: jebaez@ugto.mx

Correo electrónico: jebaez@ugto.mx, le.mezaolvera@ugto.mx

Resumen

El ácido succínico fue utilizado como un organocatalizador en la reacción de polimerización por apertura de anillo de la ϵ -caprolactona (CL), obteniendo una serie de oligómeros que fueron caracterizados, todas las muestras fueron analizadas por diversas técnicas analíticas como RMN ^1H y ^{13}C , FT-IR, MALDI-TOF y DSC.

Referencias

1. Báez, J.E.; Zhao, R.; Shea, K.J. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 2017, 56, 10366-10383.
2. Báez, J.E.; Marcos-Fernández, A.; Navarro, R.; García, C. *Journal of Polymer Research* 2017, 24:199.
3. Zhu, N.; Liu, Y.; Liu, J.; Ling, J.; Hu, X.; Huang, W.; Feng, W.; Guo, K. *Nature* 2018, 8:3734.

COLORANTES NATURALES UTILIZADOS COMO ORGANOCATALIZADORES EN UNA REACCIÓN DE POLIMERIZACIÓN

Jessica Vega¹ y José Eduardo Báez García,¹

¹Departamento de Química, Universidad de Guanajuato (UG), Col. Noria Alta S/N, Guanajuato, Gto. 36050 México. Correo electrónico: jebaez@ugto.mx

Resumen

Tres diferentes colorantes naturales fueron utilizados como organocatalizadores en la reacción de polimerización por apertura de anillo de la ϵ -caprolactona (CL), obteniendo una serie de oligómeros que fueron caracterizados, todas las muestras fueron analizadas por diversas técnicas analíticas como RMN ¹H y ¹³C, FT-IR y DSC. Mediante este trabajo se pudo observar las diferencias de reactividad de tres diferentes colorantes naturales utilizados como organocatalizadores.

Introducción

La poli(ϵ -caprolactona) (PCL) es un polímero biodegradable¹, históricamente ha sido sintetizada mediante la polimerización por apertura de anillo (ROP de sus siglas en inglés) del monómero ϵ -caprolactona (CL), regularmente es sintetizada por el uso de un catalizador metálico.² Sin embargo, en la última década se han utilizado una serie de moléculas orgánicas como catalizadores para sintetizar diferentes polímeros, entre ellos poliésteres alifáticos.³ En este trabajo, se presentará los resultados preliminares sobre el uso de tres colorantes naturales y su reactividad como organocatalizador en la ROP de la CL, los productos obtenidos fueron caracterizados por RMN ¹H y ¹³C, FT-IR y DSC.

Experimental

La CL fue secada con hidruro de calcio y destilados antes de ser utilizados para su polimerización. Las polimerizaciones fueron realizadas en masa, utilizando diferentes proporciones CL/organocatalizador en presencia o ausencia de un iniciador. Las caracterizaciones fueron realizadas por diversos equipos de análisis instrumental.

Resultados y discusión

La polimerización de la CL fue catalizada por tres diferentes organocatalizadores como la curcumina, el ácido carmínico y el índigo utilizando diferentes proporciones molares, temperatura y adición de un iniciador. Los resultados sugieren una moderada actividad de los organocatalizadores hacia ROP de la CL. Mediante el análisis por RMN ¹H fueron cuantificados los pesos moleculares de los poliésteres.

Conclusión

Se demostró la actividad organocatalítica para la polimerización de la ϵ -caprolactona (CL) de tres diferentes moléculas orgánicas utilizadas comercialmente como colorantes. Oligómeros de diferentes pesos moleculares fueron obtenidos.

Referencias

- Báez, J.E.; Zhao, R.; Shea, K.J. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 2017, 56, 10366-10383.
Báez, J.E.; Marcos-Fernández, A.; Navarro, R.; García, C. *Journal of Polymer Research* 2017, 24:199.
Zhu, N.; Liu, Y.; Liu, J.; Ling, J.; Hu, X.; Huang, W.; Feng, W.; Guo, K. *Nature* 2018, 8:3734.

SÍNTESIS Y ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES OPTO-ELECTRÓNICAS Y TEXTURALES DEL POLI(2,5-BIS(BUTA-2-INOLOXI)BENZOATO QUE CONTIENE EL CROMÓFORO 2-(ETIL(4-((4-NITROFENIL)BUTA-1,3-DIINIL)FENIL)AMINO)ETANOL)

Sandra L. Castañón-Alonso¹, J. Marcos Esparza-Schulz¹, Omar G. Morales-Saavedra², Sandro Báez-Pimiento³, María E. Hernández-Rojas³, Armando Domínguez¹, Adolfo Romero-Galarza⁴, Marco A. Alamaráz-Girón¹

¹ Departamento de Química, Universidad Autónoma Metropolitana – Iztapalapa, San Rafael Atlixco 186, Col. Vicentina, C.P. 09340, Iztapalapa, Ciudad de México.

² Departamento de Óptica, Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología, UNAM, Circuito Exterior S/N, Ciudad Universitaria, C.P. 04510, Coyoacán, Ciudad de México.

³ Departamento de Ingeniería Industrial, Facultad de Ingeniería y Arquitectura, Universidad Nacional de Colombia, Sede Manizales, Kilómetro 7, vía al Aeropuerto, C. P. 4-72, Manizales, Colombia.

⁴ Departamento de Alimentos, Centro Interdisciplinario del Noreste, Universidad de Guanajuato, Tierra Blanca, C.P. 37975, Guanajuato, México. Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Coahuila, Blvd. V. Carranza e Ing. José Cárdenas V. S/N, C.P. 25280, Saltillo Coahuila, México.

Contacto: scastanon@xanum.uam.mx

Resumen

Se sintetizó y caracterizó un polímero (2,5-bis(buta-2-iniloxi)benzoato que contiene un grupo polar diacetilénico como cromóforo con actividad óptica no lineal a través de la técnica de acoplamiento oxidativo. Éste polímero mostró un valor de Tg de ~110°C y una óptima solubilidad en disolventes orgánicos comunes, como DMF, NMP y THF. Estas propiedades nos permiten elaborar películas semi-transparentes por la técnica de spin-coating de alta calidad con estabilidad mecánica. Las películas obtenidas fueron adecuadas para la caracterización de la propiedad óptica no lineal de segundo orden (ONL-2), generación del segundo armónico (GSH); para tal fin, el ordenamiento molecular del cromóforo fue inducido eléctricamente dentro del espesor de la película orgánica que al ser sometido a un dispositivo de polarización a través de una descarga tipo corona. De acuerdo con el método de huellas de Maker, las películas orientadas que mostraron un parámetro de orden de 0.23 presentaron efectos GSH sobresalientes y estables en condiciones no resonantes (GSH, @ 532 nm). Los coeficientes ONL macroscópicos fueron obtenidos del orden de 277,4 y 104,6 pm V⁻², respectivamente. Los grandes coeficientes cuadráticos ONL exhibidos por este polímero prueban su aplicación en el desarrollo de dispositivos optoelectrónicos / fotónicos de base orgánica.

Los resultados de la adsorción de nitrógeno (a 77 K) presentan una isoterma que refleja un material de baja porosidad. A partir del análisis BET, en el intervalo de presión relativa (p/p⁰) de 0.05 a 0.3 se obtuvo un área superficial específica de 2.0 m² g⁻¹ corroborando la característica propia de los materiales no porosos. La isoterma obtenida se clasifica como tipo IV(a) con un ciclo de histéresis tipo H3, éste último relacionado con materiales que poseen espacios huecos conformados entre placas paralelas, de acuerdo con la posición del ciclo de histéresis, respecto al eje de presión relativa, los espacios de dichos huecos presentan dimensiones mayores a los 50.0 nm, finalmente, el volumen total de poros puede considerarse despreciable respecto a otros materiales porosos. De acuerdo con las características texturales del material este resultado tal vez esté correlacionado con la facilidad que posee el polímero para formar películas uniformes. Se complementará el estudio de las propiedades de adsorción del polímero por su interacción con los gases: CO₂ y CH₄ a diferentes temperaturas.

COMPARISON OF THE ADSORPTIVE PROPERTIES OF POLYELECTROLYTES FOR REMOVAL OF TEXTILE DYES

Martín Caldera Villalobos^{1,2}, Ana M. Herrera González¹, A. Alicia Peláez Cid³

¹ Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería, Laboratorio de Polímeros. Carretera Pachuca-Tulancingo, km 4.5, Col. Carboneras, 42184, Mineral de la Reforma, Hidalgo, México.

² Universidad Nacional Autónoma de México, Instituto de Ciencias Nucleares, Departamento de Química de Radiaciones y Radioquímica. Ciudad Universitaria, Circuito Exterior s/n, 04510, Ciudad de México, México.

³ Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Facultad de Ingeniería, Edificio ING1, Ciudad Universitaria, Puebla de Zaragoza, Puebla, México.

Email: caldera_martin@hotmail.com

Introduction

Textile dyes are organic molecules with high molecular weight and complex structures. The dyes contained in wastewater from the textile industry represent a serious environment problem. They are highly toxic for the flora and fauna, as well as being considered persistent pollutants [1]. Besides, they are not easily degraded and the products obtained from their decomposition are even more highly toxic than the dyes [2]. The direct discharge of their wastewater modifies several characteristics of the receiving water bodies such as color, light penetration, chemical and biochemical oxygen demand, pH, temperature, and turbidity [3].

Currently, there is a growing interest in the development of technologies for purification and treatment of effluents discharged from textile industries. The methods employed include coagulation-flocculation, bacterial degradation, chemical oxidation, membrane filtration, inverse osmosis, and adsorption. Adsorption is still one of the most efficient processes to remove dyes. This method is easily implemented operationally, and it is accessible from an economic perspective [4]. Diverse materials have been employed as adsorbents, such as kaolin, pearlite, dolomite, zeolites, activated carbons and polymers. Although there is an ample variety of adsorbent materials for this purpose, it is still of great interest to develop new adsorbents to obtain an optimal combination of properties such as elevated adsorption capacity, low cost, and reusability [5].

Polyelectrolytes are polymers containing ionic or ionizable groups joined by covalent bonds. The ionic groups produce an electrostatic field that attracts diverse substances, such as textile dyes [6]. Diverse studies have shown that different polyelectrolytes exhibit superior adsorption capacities compared to the aforementioned adsorbents. Besides from having good adsorption capacities, polyelectrolytes can be easily regenerated without losing their adsorptive properties [7, 8].

Previously, our group has studied the adsorption of textile dyes using polyelectrolytes [9]. In this work, we report a comparison of the adsorptive properties of anionic polyelectrolytes containing sulfonic acid, phosphonic acid and tetrazole groups. Further, we included a polyampholyte containing sulfonate and amino groups obtained by chemical modification of chitosan.

Discussion of results

The structures of anionic polyelectrolytes (P1-P4) and the polyampholyte (P5) are showed in Figure 1. Due to the anionic character of polyelectrolytes P1-P4, these adsorbents are suitable for the removal of cationic dyes. While, P5 can remove anionic and cationic dyes due to the presence of acid and basic groups.

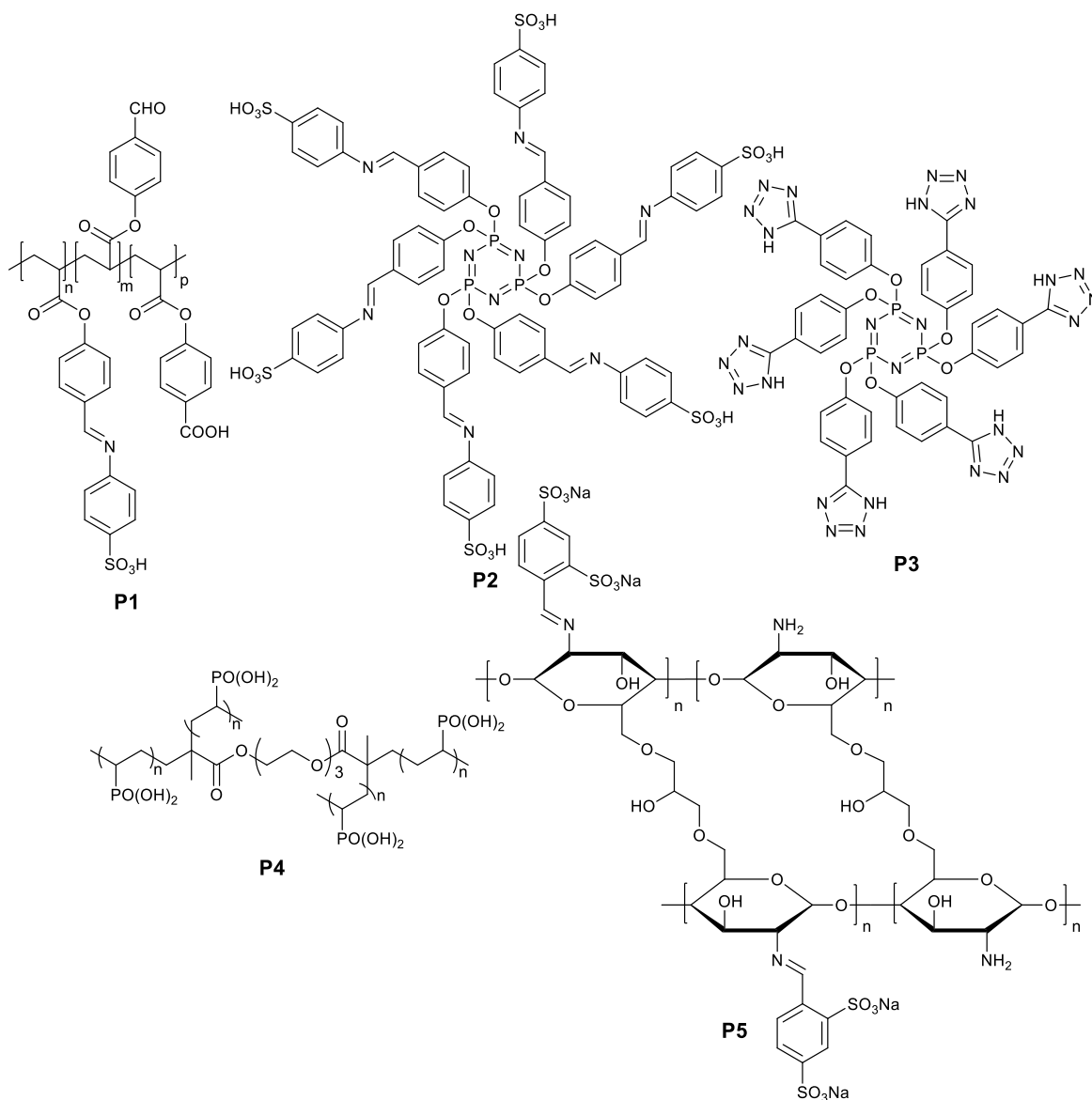


Figure 1. Structures of adsorbent polyelectrolytes.

The structures of textile dyes studied are showed in Figure 2. Methylene blue (basic blue 9, BB9) is a cationic dye, while indigo carmin (acid blue 74, AB74), Sirius turquoise (direct turquoise 86, DT86), and Sirius green (direct green 1, DG1) are anionic dyes.

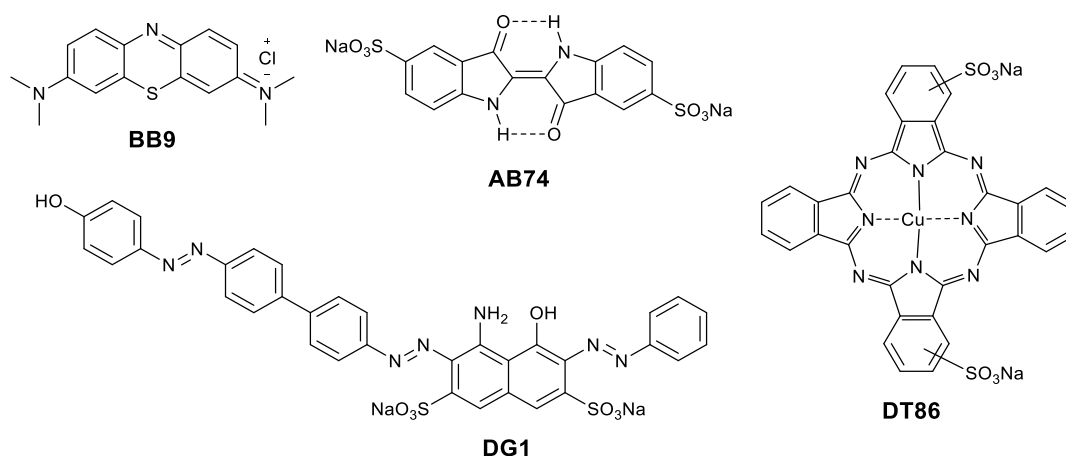


Figure 2. Structures of textile dyes.

The capacity of monolayer (a_0) was calculated from the adsorption isotherms and this value represents the maximum absorption capacity of dye in mg g^{-1} . The values of a_0 of polyelectrolytes for BB9 dye are showed in Figure 3a. Polyelectrolyte P4 showed the highest absorption capacity (416.67 mg g^{-1}) and the lowest was for P3 (126.58 mg g^{-1}). The interaction established between polyelectrolytes and BB9 dye is an electrostatic attraction. The acid groups with anionic character interact electrostatically with BB9 which is a cationic dye. We observed that polyelectrolytes containing phosphonic or sulfonic acid groups are better adsorbents because they are strong acids. Thus, they can be easily dissociated forming anionic groups which create an electrostatic field which attract cationic dyes. The tetrazole ring is a weak acid and thus, polyelectrolytes containing tetrazole groups have lower adsorptive capacity.

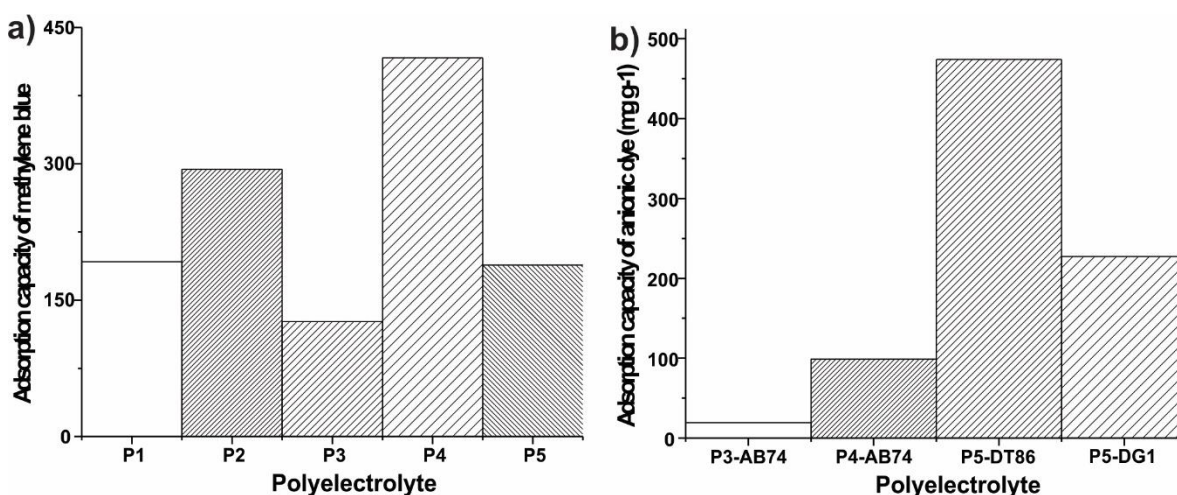


Figure 3 (a) Adsorption capacity of methylene blue of polyelectrolytes. (b) Adsorption capacity of anionic dyes of polyelectrolytes.

From the above, we expected that polyelectrolytes P1-P4 have low adsorption capacity for anionic dyes. The experimental data confirmed this hypothesis, the removal percentages of anionic dyes are showed in

Figure 3b. P3 and P4 exhibit lower adsorption capacity for AB74 than the observed for BB9. This was attributed to the electrostatic repulsion between the anionic groups of polyelectrolytes and the anionic dyes. In contrast, the polyampholyte P5 showed high adsorption capacity for DT86 and DG1 dyes which was attributed to the electrostatic attraction between amino groups (with cationic character) and the sulfonate groups of DT86 and DG1 dyes.

Polyelectrolytes were used for the treatment of wastewater containing textile dyes. The treatment by adsorption reached removal percentages close to 100%. An ample variety of dyes can be adsorbed by polyelectrolytes, such as direct, basic and vat dyes. Thus, polyelectrolytes are efficient for remediation of textile effluents removing the textile dyes and enhancement the quality of water decreasing the values of color and chemical oxygen demand.

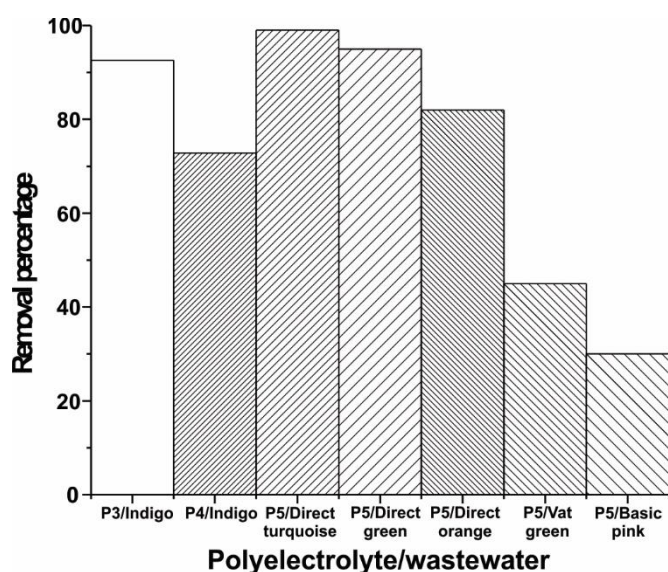


Figure 4. Adsorption percentage of textile dyes in wastewater.

Materials and methods

Polyelectrolytes were synthesized according with the procedures reported in the literature [1-4]. The interaction established between the polyelectrolytes and the selected dyes was studied by constructing adsorption isotherms. Aqueous solutions containing dyes (BB9, AB74, DT86, and DG1) with initial concentrations ranging between 300 and 2,100 mg·dm⁻³ were prepared. The adsorption experiments were realized employing an amount of adsorbent of 5 g·dm⁻³. The samples were set in contact with the adsorbent materials and stirred for 8 h at room temperature. Later, the samples remained static at 303K for 16 h until the adsorption equilibrium was reached. At the end of the adsorption treatment, the concentration of dye present in the solution was quantified by means of UV-Vis spectrophotometry. The amount adsorbed was calculated using the Equation 1 and the data obtained was treated in accordance to the lineal form of the Langmuir model (Equation 2):

$$a = \frac{(C_i - C_f)V}{m} \quad (1)$$

$$\frac{C_{eq}}{a} = \frac{1}{a_m} C_{eq} + \frac{1}{K_L a_m} \quad (2)$$

Where a is the adsorbed amount, C_i is the initial concentration, C_t is the concentration at the time t , V is the volume of solution, m is the mass of adsorbent, C_{eq} is the concentration at the equilibrium, a_m is the capacity of the monolayer and, K_L is the Langmuir constant.

The treatment by adsorption of wastewater was made using the same procedure which was used for the treatment of aqueous solutions. The percentage of dye adsorbed was calculated from the decrease of absorbance in the treated effluents (Equation 3). For each effluent, the absorbance was measured using the value corresponding to λ_{max} .

$$Removal \% = \left(1 - \frac{A_T}{A_{WW}}\right) * 100 \quad (3)$$

where A_{WW} is the absorbance of the wastewater and A_T is the absorbance of the wastewater after the treatment of adsorption.

Conclusions

Polyelectrolytes have high adsorptive properties and they can be applied for removal of textile dyes. Using this materials removal percentages close to 100% can be reached. Polyelectrolytes containing phosphonic acid or sulfonic acid groups are suitable for the treatment of effluents containing cationic dyes such BB9. Polyampholytes like P5 are suitable for the treatment of effluents containing anionic and cationic dyes and thus they are more versatile adsorbents than polyanions or polycations.

Bibliography

- [1] U. K. Aravind, B. George, M. S. Baburaj, S. Thomas, A. P. Thomas, C. T. Aravindakumar, Treatment of industrial effluents using polyelectrolyte membranes, *Desalination*, 252, 1-3, 27-32, 2010.
- [2] A. A. Peláez-Cid, S. Blasco-Sancho, F. M. Matysik, Determination of textile dyes by means of non-aqueous capillary electrophoresis with electrochemical detection, *Talanta*, 75, 5, 1362-1368, 2008.
- [3] M. Caldera Villalobos, A. Peláez Cid, M. Martins Alho, A. Herrera González, Removal of textile dyes in wastewater using polyelectrolytes containing tetrazole groups, *Korean Journal of Chemical Engineering*, 35, 12, 2394-2402, 2018.
- [4] R. Batmaz, N. Mohammed, M. Zaman, G. Minhas, R. M. Berry, K. C. Tam, Cellulose nanocrystals as promising adsorbents for the removal of cationic dyes, *Cellulose*, 21, 3, 1655-1665, 2014.
- [5] M. Caldera Villalobos, A. Peláez-Cid, A. Herrera González, Removal of textile dyes and metallic ions using polyelectrolytes and macroelectrolytes containing sulfonic acid groups, *Journal of Environmental Management*, 177, 65-73, 2016.
- [6] A. N. Chowdhury, S. R. Jesmeen, M. M. Hossain, Removal of dyes from water by conducting polymeric adsorbent, *Polymers for advanced technologies*, 15, 11, 633-638, 2004.
- [7] A. Herrera González, A. Peláez Cid; M. Caldera Villalobos, Adsorption of textile dyes present in aqueous solution and wastewater using polyelectrolytes derived from chitosan, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 92, 7, 1488-1495, 2017.
- [8] Z. Zhao, L. Li, G. S. Geleta, L. Ma; Z. Wang, Polyacrylamide-Phytic Acid-Polydopamine Conducting Porous Hydrogel for Efficient Removal of Water-Soluble Dyes, *Scientific reports*, 7, 1, 7878, 2017.
- [9] A. Herrera González, M. Caldera Villalobos; A. Peláez Cid, Adsorption of textile dyes using an activated carbon and crosslinked poly vinyl phosphonic acid, *Journal of Environmental Management*, 234, 237-244, 2019.

APLICACIÓN DEL DOE DE MEZCLAS EN POLIMERIZACIÓN DE MONÓMEROS ACRÍLICOS

M. en C. Efrén Urbina Valle* y Ing. Luis Alberto Morales González

ESIQIE-IPN Unidad Profesional Adolfo López Mateos Edif. 7, Ave. IPN s/n Col Zacatenco, C.P. 0700, México D.F., Tel. 5729 6000 Ext. 55141.

E-mail: quimeuv45@gmail.com., luis_amg1@hotmail.com

Resumen

En los polímeros en emulsión que se fabrican por el método de lotes, se tienen pérdidas en la producción¹ debido a la inestabilidad de la pre-emulsión (se separan la fase orgánica y la fase acuosa), la cual se tiene que estar agitando constantemente, ocasionando problemas en la producción; como tiempos muertos, reproceso de material, productos fuera de especificación, reclamación de clientes, entregas de producto fuera de tiempo, etc.

El presente estudio fue determinar la obtención de una pre-emulsión estable^{2,3}, empleando el diseño estadístico de mezclas, en donde se busca la mejor combinación de los emulsificantes.

El uso de pre-emulsiones estables en la industria es de suma importancia para disminuir la problemática antes mencionada y así lograr la mejora continua en el proceso contribuyendo en el ahorro económico y porque no, ser amigable con el ambiente.

Se sintetizaron cinco emulsiones acrílicas, los monómeros usados fueron: acrilato de etilo, butilo, 2-Etil-Hexilo y como surfactantes el nonil fenol de 10 EO, alcohol láurico de 8 EO y de 4 EO moles. Se usó el diseño estadístico de mezclas⁴ para determinar la composición a diferentes HLB (balance hidrofílico lipofílico), característica de los emulsificantes. Además, se realizó una investigación bibliográfica sobre la temperatura de transición vítrea⁶ (Tg) de las emulsiones a obtener.

Con el programa de cómputo Minitab³, se determinó las composiciones de la mezcla y su respectivo HLB, con la ecuación de Griffin² (ec. 1) y el cálculo teórico de la Tg con la ecuación de Fox (ec. 2).

$$HLB_M = HLB_1 * x_1 + HLB_2 * x_2 \dots + HLB_n * x_n \text{ ec. 1}$$

$$\frac{1}{Tg_M} = \frac{x_A}{Tg_A} + \frac{x_B}{Tg_B} + \frac{x_C}{Tg_C} \dots \frac{x_n}{Tg_n} \text{ ec. 2}$$

Inicialmente se construyó la tabla 1, con la ecuación de Griffin, y el *software* de Minitab, se obtuvieron las proporciones de la mezcla de surfactantes y con el cálculo del HLB correspondiente (tabla 1). A partir de estos valores se hizo el diagrama ternario (figura 1), para obtener las composiciones del HLB de, 10, 11, 12, y 13, el cual se muestra a continuación

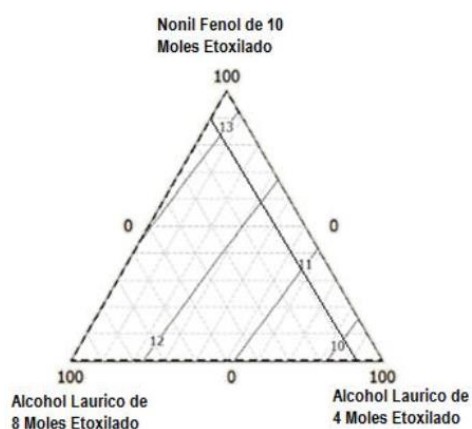


Figura 1. Gráfico de contorno de mezcla para el sistema HLB.

Tabla 1. Diseño Simplex de mezclas sistema HLB.

Puntos de Mezcla	Nonil Fenol de 10 moles	Alcohol Laurico Etoxilado 8 moles	Alcohol Laurico Etoxilado 4 moles	HLB
1	1	0	0	13.3
2	0	1	0	12.8
3	0	0	1	9.4
4	0.5	0.5	0	13.05
5	0.5	0	0.5	11.35
6	0	0.5	0.5	11.1
7	0.33	0.33	0.33	11.83
8	0.66	0.16	0.16	12.56
9	0.16	0.66	0.16	12.31
10	0.16	0.16	0.66	10.61

Tabla 2. Composiciones de mezcla de acrilatos para un HLB determinado.

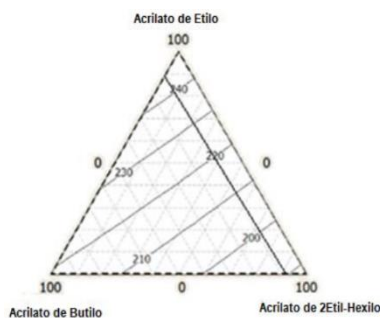
Nonil Fenol Etoxilado de 10 moles	Alcohol Laurico Etoxilado de 8 moles	Alcohol Laurico Etoxilado de 4 moles	HLB
9	7	84	10
30	13	57	11
51	19	30	12
72	25	3	13

De manera similar, se calcularon con la ecuación de Fox, la Tg de la mezcla de acrilatos (tabla 2), con su respectivo diagrama ternario (figura 2), las Tg seleccionadas fueron de 200, 210, 220, y 230, para efectuar las polimerizaciones

Tabla 2. Temperatura de transición vítrea para cada punto de mezcla (Programa Minitab)

Puntos de mezcla	Acrilato de Etilo	Acrilato de Butilo	Acrilato 2-Etil-Hexilo	Tg [K]	Tg [°C]
1	1	0	0	249.15	-24
2	0	1	0	219.15	-54
3	0	0	1	188.15	-85
4	0.5	0.5	0	233.18	-39.97
5	0.5	0	0.5	214.39	-58.76
6	0	0.5	0.5	202.47	-70.68
7	0.33	0.33	0.33	218.14	-55.01
8	0.66	0.16	0.16	231.37	-41.78
9	0.16	0.66	0.16	217.54	-55.61
10	0.16	0.16	0.66	201.09	-72.06

Figura 2. La Tg en un diagrama ternario, de acuerdo la mezcla de la Tg de los monómeros.



Los resultados de esta primera fase se muestran a continuación.

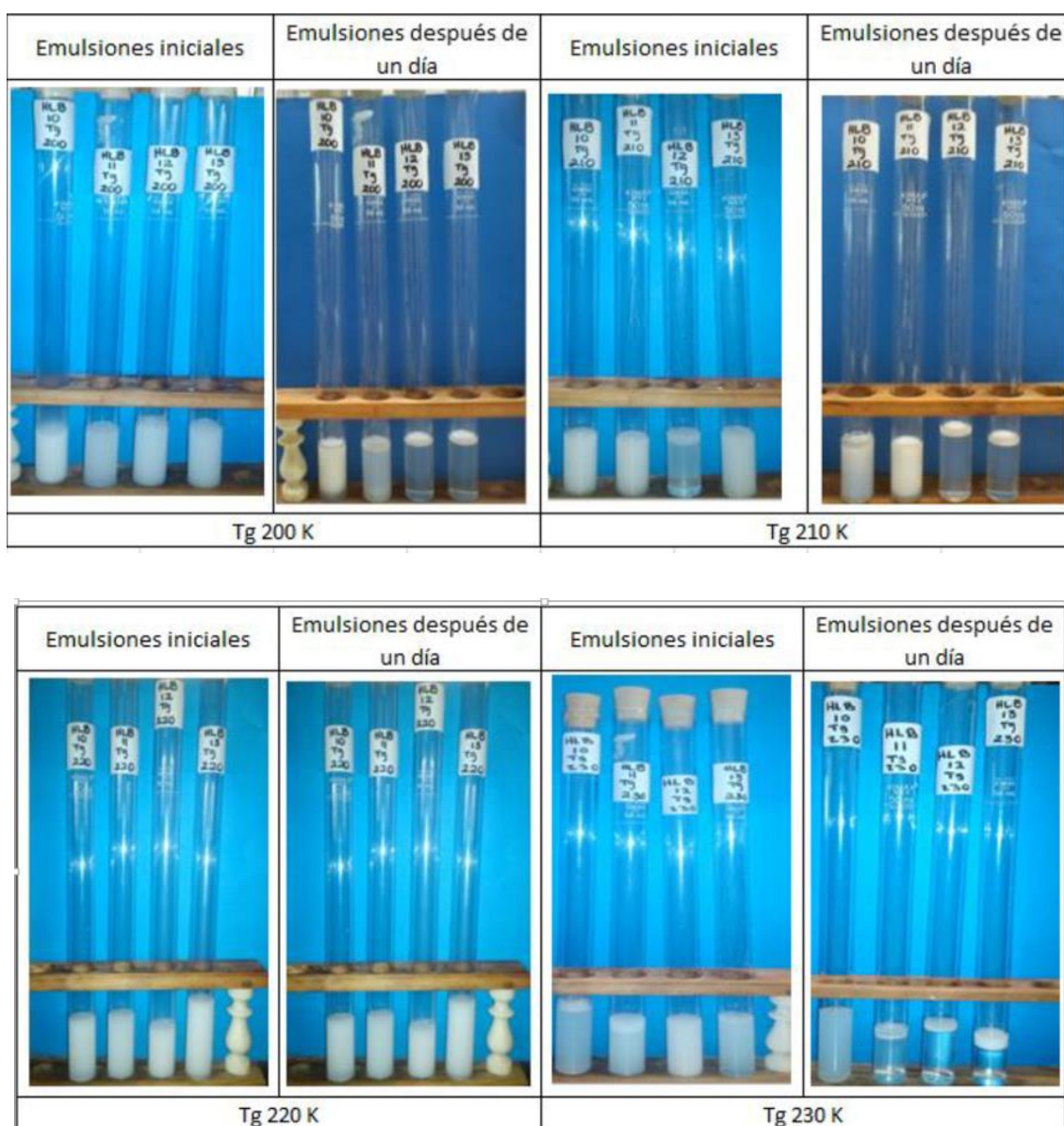


Fig.3 Comportamiento del HLB de 10 a 12, a diferentes Tg de las emulsiones preparadas en el momento y 24 horas después.

Como puede observarse, el HLB adecuado está en la región de 10, para las diferentes Tg. Con este dato se realizaron las polimerizaciones de los acrilatos.



Figura 4. Equipo empleado en la reacción de Polimerización en Emulsión

Durante la polimerización la pre-emulsión no se separó y el producto obtenido fue homogéneo sin grumos. Se comparó Tg teórica con la experimental, y hubo buena concordancia en los resultados (figura 4).

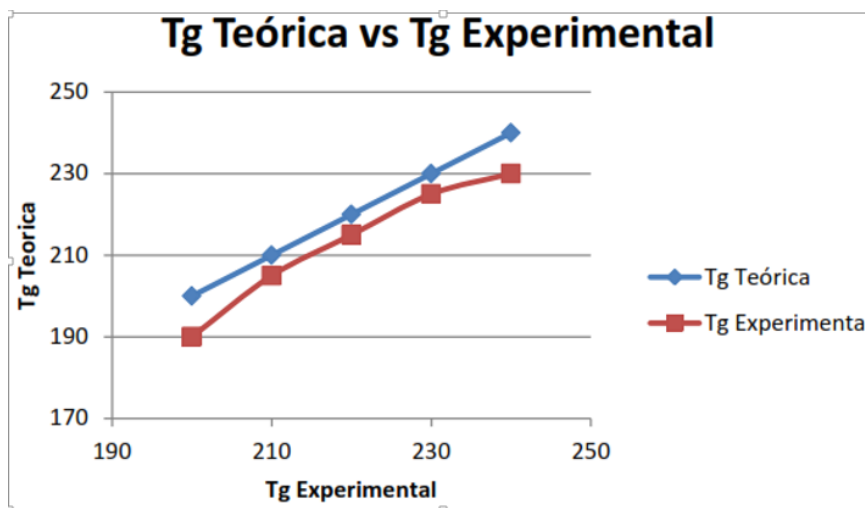


Fig. 5 Temperatura de transición vítrea teórica vs Temperatura de transición vítrea experimental

Conclusiones

De acuerdo con la gráfica de contorno de mezcla para el sistema de surfactantes y a los resultados de las pre-emulsiones, se puede concluir que el surfactante más eficiente fue el alcohol láurico de 4 moles de óxido de etileno, puesto que en la región que este domina, se encontró que la región del HLB adecuado es 10, para las mezclas acrílicas.

Es probable que con el tensoactivo (alcohol láurico de 4 moles EO), como base, se logre obtener una buena pre-emulsión, ya que, para un HLB de 10, es de una alta composición de dicho surfactante (% peso).

Al momento de realizar la polimerización en emulsión para cada Tg, el producto final no sufrió afectaciones de sinéresis (separación), ni sedimentación, indicativo que la pre emulsión es estable y capaz de soportar el tiempo de reacción necesario, ya que después de 24 horas, no fue necesario estar agitando.

Se comparó la Tg teórica con la Tg experimental, los resultados son satisfactorios, existe una ligera desviación entre las curvas quizás al método de medición usado, tienen la misma tendencia.

Con el diseño de mezclas, se puede observar el efecto de la estabilidad en la pre emulsión, cuando hay un cambio en las proporciones de surfactante.

En la actualidad, muchos de los problemas reales de la industria química pueden ser resueltos satisfactoriamente con la aplicación de las técnicas del DOE.

Referencias:

- 1.- Urbina Valle Efrén (2016). Experiencia profesional en planta.
- 2.- ICI Americas Inc. (1984) El Sistema HLB: una guía que ahorra el tiempo en la selección de emulsificantes. Delaware
- 3.- Minitab Inc (17.3.1) (2013). [Software].
- 4.- Gutiérrez H., de la Vara R. (2012). Análisis y diseño de experimentos, 3ª ed., México: McGraw Hill
5. - Kurt Kosswig. (2005). Surfactants: Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.
6. - Ghosh, P. (2011). Polymer Science and Technology, (3ª ed.), California: McGraw Hill Professional.

OLIGÓMEROS DERIVADOS DE LA POLI(ϵ -CAPROLACTONA) Y POLI(δ -VALEROLACTONA)

José Eduardo Báez García,¹ Kenneth J. Shea,² José Bonilla Cruz,³ Gerardo González García¹ y Armando Obregón Herrera.⁴

¹Departamento de Química, Universidad de Guanajuato (UG), Col. Noria Alta S/N, Guanajuato, Gto. 36050 México. Correo electrónico: jebaez@ugto.mx

²Department of Chemistry, University of California, Reines Hall, Irvine (UCI), Irvine, CA, 92697 USA.

³Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV), Parque de Investigación e Innovación Tecnológica, Alianza Norte 202, Apodaca N.L. 66600 México.

⁴Departamento de Biología, Universidad de Guanajuato (UG), Col. Noria Alta S/N, Guanajuato, Gto. México.

Resumen

Una serie de oligómeros fueron preparados a partir de la polimerización por apertura de anillo de la ϵ -caprolactona (CL) y δ -valerolactona (VL) en presencia de un alcohol alifático lineal (1-docosanol) como iniciador y triisopropóxido de aluminio [Al(OⁱPr)₃] como catalizador. Posteriormente, mediante cromatografía en columna fue posible aislar especies monodispersas como el monómero, dímero, trímero y tetramero de la poli(ϵ -caprolactona) (PCL) y poli(δ -valerolactona) (PVL). Todas las muestras fueron analizadas por diversas técnicas analíticas como RMN ¹H y ¹³C, FT-IR, MALDI-TOF, DSC, POM y GPC. Mediante este trabajo se pudo observar una evolución en el crecimiento de la cadena polimérica y su efecto sobre sus propiedades físicas.

Referencias

- Báez, J.E.; Zhao, R.; Shea, K.J. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 2017, 56, 10366-10383.
Báez, J.E.; Marcos-Fernández, A.; Navarro, R.; García, C. *Journal of Polymer Research* 2017, 24:199.
Báez, J.E.; Marcos-Fernández, A.; Martínez-Richa, A.; Galindo-Iranzo P. *Polymer-Plastics Technology and Engineering* 2017, 56(8), 889-898.