



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
CUAUTITLÁN

“Polimerización de acrilatos mediante el contexto de la Química Verde, y empleando microondas como fuente de activación; preparación del polímero floculante N-óxido polidimetilaminoetil metacrilato”

*T E S I S*

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:  
I N G E N I E R A Q U Í M I C A  
P R E S E N T A N:

*YADIRA EDITH SAAVEDRA RODRÍGUEZ  
SAIDA ALEJANDRA GONZÁLEZ GONZÁLEZ*

ASESOR: Dr. RENÉ MIRANDA RUVALCABA



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

*“ Puede haber cosas irracionales,  
puede haber hechos innegables, puede haber abismos oscuros  
ante los cuales la inteligencia debe permanecer en silencio por miedo a enloquecer ”*

A él, quien mantiene el equilibrio en el bendito destino, sólo para vivir lo que se tiene que vivir, sólo para tener lo que se tiene que tener, sólo para ver lo que se tiene que ver, pero para ser lo que cada quien quiere ser.

A mi familia: mis padres Irma y Víctor; mis pequeños hermanos Alfonso y Uriel; mis grandes y protectoras Lupitas, mis primas ejemplos de superación Alma, Fedora.

A mis ángeles: Mi ama Amalia imagen de fuerza; mi hermana Ivonne visión de libertad, mis tíos Sergio y Mario enseñanza de humildad.

A mis admirables maestros y ejemplos de sabiduría: René Miranda, Fernando Orozco, Ismael Núñez, Ariel Bautista, Eligio Pastor, Armando Morales, Baltazar.

A mis amigos y compañeros: Yadira, Jonás, Manuel, por los momentos de felicidad; Ramón por los momentos de aprendizaje; Francisco por su compañía; Leonel, Víctor Hugo, Carraro, Lucía por su confianza y convivencia; a todo el equipo de tocho I.Q y a los couches: Olaf, Víctor, Edson, Abraham por las alegrías y aumento de energía.

A quienes contribuyeron en la realización de este objetivo: profesores Laura B. Reyes, Bernardo Francisco, Beatriz Vilchis, Hulme Guerra, Inés Nicolás; Cony , Guillermo Guzmán, Draucín Jiménez, Joel y Ernesto. A la familia Saavedra por su amable hospitalidad.

A la FES-C que alberga mentes brillantes e inquietas, personalidades distintas pero todas con el mismo sentimiento de ser orgullosamente UNAM.

---

“Empieza por hacer lo necesario, después lo que es posible  
y sin darte cuenta estarás haciendo lo imposible”

Sn. Francisco de Assís

### Gracias...

Díos por guiar mis pasos en la vida y permitirme terminar esta etapa tan importante.

#### Papas

**José** por todo el apoyo y enseñarme que la perseverancia y esfuerzo son buenos valores que pueden ayudar para nunca darme por vencida y ser mejor persona.

**Emília** por ser fuente de fortaleza y mi mejor amiga, porque a pesar de todo sabía que siempre esta ahí para darme un buen consejo.

Todos mis logros y triunfos son dedicados a ustedes

#### Hermanos

**Pepe** por ser el ángel que me cuida siempre.

**Fátima** por ser mi amiga y compañera de juegos, a diario me haces saber que no existen adversidades tan grandes que no pueda superar con paciencia y empeño.

**Juan José** por enseñarme que aunque la vida sea un suspiro, la felicidad es nuestra única herramienta para vivirla, siempre lograbas sacar el lado bueno de cualquier situación a pesar de todo.

**Lalo** porque tu inocencia me ayuda a saber que no todo es tan complicado como parece, que solo que hay que limitarnos a ser felices con la facilidad que lo logra un niño.

**Araceli** porque gracias a tu apoyo en el tiempo que formaste parte de nuestra familia pude lograr parte de mi carrera.

A mis abuelitos, tíos y primos que siempre han estado pendientes de mí, siempre me han hecho saber que cuento con su apoyo incondicional.

#### Amigos

**Saída** por ser mi amiga y parte de esta experiencia de vida, contigo viví muchos momentos especiales dentro y fuera de la universidad, se que nuestra amistad durará mucho tiempo, tu sabes cuanto esfuerzo dedicamos a la carrera y la tesis, ahora todo rindió frutos y se que lo mejor esta por venir.

**Jonás** por ser un amigo tan valioso para mí, eres parte de esta raya mas al tigre, pero esta vez es de las buenas.

**Anita** por ser amiga y compañera, en poco tiempo logramos hacer una amistad muy importante.

---

## Agradecimientos

---

Iván, Manuel, Lucía, Ale, Diana y demás integrantes de la Generación 29 de Ingeniería Química, donde tengo amigos con los que conviví durante mis estudios, de ustedes me llevo muy buenos recuerdos y experiencias de vida.

### Sección de Química orgánica

Dr. René por brindarnos sus conocimientos y consejos, su apoyo para el desarrollo de este trabajo fue fundamental, me enseñó que con la humildad se pueden lograr muchas cosas en la vida.

Maestra Laura por ser iniciadora de esta tesis, su apoyo y conocimientos siempre estuvieron presentes.

Cony porque sin su apoyo e ingenio tan valiosos gran parte del desarrollo experimental no se hubiera logrado, siempre estuvo pendiente de nosotras en el laboratorio y fuera de el.

Joel tu sabes cuanto ayudaste para esta tesis, cuando comenzabas a decir "no esta mal", sabíamos que íbamos por buen camino, tu apoyo siempre fue incondicional.

Maestra Betty por estar siempre pendiente y enseñarme esa gran virtud de ayudar a las demás personas.

Y demás personas de la Sección que colaboraron con poco o mucho para el desarrollo de este trabajo, cada día se aprende algo nuevo al formar parte de este lugar.

Colegio Agustín de Hipona porque en su interior hice la mayor parte de mis estudios, aquí conocí profesores y personas muy importantes y valiosas para mí, me sería muy difícil mencionar a cada uno de ellos, pero saben quienes son.

Maestros Gína, Enrique, Eleazar, Toño (Chino), Susana, Fernando Orozco, Ismael Nuñez, Ariel Bautista, Pastor Rivero y Jaime Mondragón porque con ustedes no solo adquirí conocimientos académicos sino de vida, me dieron su saber incondicionalmente, ahora se que el aprendizaje es parte de la enseñanza.

Equipo Halcones y equipo de tocho IQ por ayudarme a eliminar el estrés y seguir adelante, darme momentos de diversión, y grandes amigos.

A todas las personas que conocí a lo largo de mi camino en la FESC- Cuatitlán, gracias por hacerlo placentero y uno de los mejores de mi vida.

Gracias UNAM por permitirme ser parte de la máxima casa de estudios, no tengo con que pagar todos los recuerdos, conocimientos, amigos y demás experiencias que llevo de aquí.

---

## ÍNDICE

ÍNDICE	i
GLOSARIO	1
UNIDADES Y VARIABLES	2
HIPÓTESIS	3
OBJETIVOS	4
INTRODUCCIÓN	5
MARCO TEÓRICO	6
<i>1. QUÍMICA VERDE</i>	6
<b>1.1 La Química Verde</b>	6
<i>1.1.1 Principios básicos de la Química Verde</i>	6
<b>1.2 Fuentes alternas de activación</b>	7
<i>1.2.1 Condiciones no convencionales de reacción</i>	7
<i>1.2.2 Microondas</i>	8
1.2.2.1 Efectos secundarios y precauciones para el uso de microondas	10
<i>2. ANTECEDENTES DE REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN REALIZADAS EN MICROONDAS</i>	10
<i>3. APLICACIONES DE IRRADIACIÓN DE MICROONDAS EN REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN</i>	12
	i

---

---

---

<b>3.1 Aplicación del polímero N,N-óxido polidimetilaminoetil metacrilato en el tratamiento de aguas residuales</b>	12
<b>4. FLOCULACIÓN</b>	13
<b>4.1 Floculantes poliméricos</b>	15
<i>4.1.1 Clasificación de floculantes poliméricos</i>	15
<i>4.1.2 Propiedades de floculantes poliméricos</i>	17
<b>5. ACRILATOS</b>	18
<b>5.1 Metacrilato de metilo</b>	19
<b>5.2 Acrilato de butilo</b>	19
<b>6. RMN</b>	20
<b>6.1 Interpretación de espectros de RMN de H-1</b>	20
<b>DESARROLLO EXPERIMENTAL</b>	
<b>1. REACTIVOS</b>	21
<b>2. EQUIPOS</b>	21
<b>3. CÁLCULOS</b>	21
<b>4. OBTENCIÓN DEL POLÍMERO FLOCULANTE PDMAEM</b>	22
<b>4.1. Obtención del polímero floculante PDMAEM utilizando técnica reportada</b>	22
<i>4.1.1 Purificación del monómero</i>	22
<i>4.1.2 Reacción de polimerización</i>	22
<i>4.1.3 Reacción de oxidación del polímero</i>	23
<i>4.1.4 Purificación del polímero oxidado</i>	23

---

<b>4.2. Obtención del polímero en viales con horno de MO convencional</b>	23
4.2.1 <i>Purificación del monómero</i>	23
4.2.2 <i>Reacción de polimerización</i>	23
<b>4.3 Obtención del polímero en vaso Dewar normal horno de MO convencional</b>	24
4.3.1 <i>Purificación del monómero</i>	24
4.3.2 <i>Reacción de polimerización</i>	24
<b>4.4 Obtención del polímero floculante en vaso Dewar adaptado para flujo de nitrógeno en horno de microondas convencional</b>	24
4.4.1 <i>Purificación del monómero</i>	24
4.4.2 <i>Reacción de polimerización</i>	25
4.4.3 <i>Reacción de oxidación del polímero</i>	25
4.4.4 <i>Purificación del polímero oxidado</i>	25
<b>4.5 Obtención del polímero en horno de rayos IR e inyección de nitrógeno</b>	26
4.5.1 <i>Purificación del monómero</i>	26
4.5.2 <i>Reacción de polimerización</i>	26
<b>4.6 Obtención del polímero en MIC-I</b>	26
4.6.1 <i>Purificación de monómero</i>	26
4.6.2 <i>Reacción de polimerización</i>	27
4.6.3 <i>Reacción de oxidación del polímero</i>	27
4.6.4 <i>Purificación del polímero oxidado</i>	28
<b>5. OBTENCIÓN DEL POLÍMERO MMA</b>	29
<b>5.1 Purificación del monómero</b>	29
<b>5.2 Reacción de polimerización en baño maría</b>	29



5.3 Reacción de polimerización en MIC-I	29
5.4 Reacción de polimerización en IR	29
6. <i>OBTENCIÓN DEL POLÍMERO BA</i>	29
6.1 Purificación del monómero	29
6.2 Reacción de polimerización en baño maría	29
6.3 Reacción de polimerización en MIC-I	30
6.4 Reacción de polimerización en IR	30
7. <i>RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS</i>	30
CONCLUSIONES	42
REFERENCIAS	43
APÉNDICE	47

## GLOSARIO Y ABREVIATURAS

BA	Acrilato de butilo
AIBN	Azobisisobutironitrilo
DMAEM	Dimetilaminoetil metacrilato
MMA	Metacrilato de metilo
PBA	Poliacrilato de butilo
PDMAEMA	Polidimetilaminoetil metacrilato
PMMA	Polimetacrilato de metilo
BPO	Peróxido de benzoílo
TAFF	Tonsil Actisil FF
TMS	Trimetilsilano
IR	Irradiación infrarroja
MIC-1	Microondas focalizado
MO	Microondas
RMN <sup>1</sup> H	Resonancia magnética nuclear de hidrogeno

## UNIDADES Y VARIABLES

°C	Grados centígrados
MHz	Mega Hertz
P	Potencia de irradiación
θ	Tiempo de irradiación
RPM	Revoluciones por minuto
T	Temperatura
V	Volts
W	Watts
g	Gramos
L	Litros
mg	Miligramos
min	Minutos
mL	Mililitros
mmol	Milimoles
pH	Potencial de hidrógeno

## **HIPÓTESIS**

Si se realiza la polimerización de los acrilatos *N-N* dimetilaminoetilmetacrilato, acrilato de butilo y del monómero metacrilato de metilo utilizando fuentes alternas de energías a la térmica, se podrán generar antecedentes en condiciones no convencionales que disminuyen los tiempos de estas reacciones químicas.

## **OBJETIVO GENERAL**

- 🌐 Relizar la polimerización de derivados del ácido acrílico mediante el protocolo de la Química Verde y complementariamente emplear irradiación de microondas como fuente de activación.

## **OBJETIVOS PARTICULARES**

- 🌐 Sintetizar en dos etapas el polímero floculante poli *N-N* dimetilaminoetilmetacrilato primero con la polimerización del monómero y después con la oxidación al respectivo *N*-óxido.
- 🌐 Para cada etapa se utilizará microondas para activar los procesos.
- 🌐 Análogamente llevar a cabo la polimerización de otros derivados acrílicos, a efecto de generalizar el método establecido.
- 🌐 Obtener el tiempo y potencia óptima en la reacción de síntesis.
- 🌐 Caracterizar los productos de reacción por medio de la espectrometría de RMN, así como la familiarización con la terminología de la misma.

## INTRODUCCIÓN

A últimas fechas, se han diseñado diversos procesos químicos en función de dicho contexto, en esto se contempla el seguimiento de uno o varios principios de la Química Verde, además de la implementación de fuentes de energía alternas a la térmica que han agregado además un toque innovador.

La Sección de Química Orgánica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, así como otras facultades de la UNAM están trabajando el criterio de los doce principios de la Química Verde, en proyectos de investigación y educación; además. Con esto se busca conocer, comprender y trabajar bajo el contexto de esta nueva filosofía.

Se tiene conocimiento de reacciones promovidas con microondas; tal es el caso de las reacciones de protección/desprotección, la oxidación de alcoholes a las correspondientes cetonas, la condensación de Knoevenagel, reducción de aldehídos y cetonas con boro hidruro de sodio; las cuales forman parte integral de las manipulaciones orgánicas.

En el año 2002 el polímero N-óxido polidimetilaminoetilmetacrilato fue obtenido, con tiempos de reacción para la polimerización y oxidación, de 15 y 18 horas respectivamente, con agitación, reflujo y temperatura de reacción de 70° C.

Nuestra aportación a la anterior reacción es en el contexto de la Química Verde: respecto al uso de fuentes alternas de activación (microondas) que resulta en abatimiento de los tiempos de polimerización.

Para observar la eficacia del uso de esta fuente de energía alterna, análogamente se llevó a cabo la polimerización de otros derivados del ácido acrílico como el poliacrilato de butilo y el más conocido de los plásticos acrílicos que es el polimetacrilato de metilo.

Para la identificación de cada uno de los productos se emplearon los correspondientes datos de RMN.

En consecuencia se generarán antecedentes en condiciones no convencionales de reacción, ya que el polímero N,N-polidimetilaminoetil metacrilato es de gran utilidad en el tratamiento de aguas residuales, específicamente en los procesos de coagulación-floculación.

Durante las dos últimas décadas se ha estimulado una considerable investigación sobre los procesos de coagulación y floculación, ya que se ha reconocido el hecho de que el éxito de otros procesos en el tratamiento del agua y agua residual implica o depende de una coagulación satisfactoria.

## MARCO TEÓRICO

### 1. QUÍMICA VERDE

#### 1.1 La Química Verde

En 1991, la OPPT (Oficina de Prevención de la Contaminación y Sustancias Tóxicas) puso en marcha el programa modelo de subvenciones a la investigación “Rutas Sintéticas, Alternativas para la Prevención de la Contaminación”. Este programa proporcionó, por primera vez, ayuda para proyectos de investigación que incluyesen la prevención de la contaminación en la síntesis de sustancias químicas.

Una de las metas principales del programa de Química Verde es promover la investigación, el desarrollo y la puesta en práctica de tecnologías químicas innovadoras con buenos fundamentos, tanto científicos como económicos.

Las tecnologías de Química Verde pueden ser clasificadas en las siguientes tres áreas:

- 🌍 Utilización de rutas sintéticas alternativas.
- 🌍 Empleo de condiciones de reacción alternativas.
- 🌍 Diseño de sustancias químicas menos tóxicas que las disponibles actualmente o inherentemente más seguras con respecto a su potencial de accidentes.

##### *1.1.1 Principios básicos de la Química Verde*

Los principios de la Química Verde se desarrollaron por Anastas y Warner, y su fundamento es contribuir a valorar que tan verde puede ser un producto químico, una reacción o un proceso; éstos se indican a continuación:

- 🌍 Evitar de preferencia la producción de residuos que posteriormente limpiarlo una vez formado.
- 🌍 Los métodos de síntesis deben diseñarse de manera que se incorporen al máximo, al producto final, todos los materiales usados durante el proceso.
- 🌍 Los métodos de síntesis deberán realizarse para utilizar y generar sustancias que presentan poca o ninguna toxicidad, tanto para el hombre como para el medio ambiente.

- 🌍 Los productos químicos se diseñarán de manera que mantengan su eficacia y baja toxicidad.
- 🌍 Evitar el empleo de sustancias auxiliares como disolventes, reactivos de separación, etc., y en caso de ser empleadas que sea lo más inocuo posible.
- 🌍 Los requerimientos energéticos se catalogan por su impacto al medio ambiente y económico reduciéndose todo lo posible. Se sugiere llevar a cabo los métodos de síntesis a temperatura y presión ambiente.
- 🌍 La materia prima debe ser preferiblemente renovable en lugar de agotable, siempre que sea técnica y económicamente viable.
- 🌍 Considerar el empleo de catalizadores, lo más selectivos posible y de preferencia de origen natural.
- 🌍 Los productos químicos se diseñarán de tal manera que al finalizar su función no persistan en el medio ambiente y ser preferentemente productos de degradación.
- 🌍 Las metodologías analíticas serán desarrolladas posteriormente para permitir una monitorización y control en tiempo real del proceso, previo a la formación de sustancias peligrosas.
- 🌍 Es importante elegir las sustancias adecuadas para los procesos químicos y reducir el riesgo de accidentes químicos incluyendo las emanaciones, explosiones e incendios.

## **1.2 Fuentes alternas de activación**

Aplicando en nuestra experimentación el empleo de condiciones de reacción alternativas del área de la Tecnología de Química Verde, a continuación se abordarán los temas de radiación electromagnética en los microondas, sus efectos secundarios en el organismo y precauciones en su uso.

### ***1.2.1 Condiciones no convencionales de reacción***

En los últimos años ha surgido en los químicos el interés por el uso de fuentes alternas de energía con respecto a la térmica, a efecto de llevar a cabo las transformaciones químicas; tal es el caso de las microondas, láser, infrarrojo, y ultrasonido. Entre los aspectos ponderables para recurrir a nuevas fuentes de energía resaltan los siguientes:



- ☉ Generalmente, las condiciones son más suaves
- ☉ En la mayoría de los casos, los tiempos de reacción son más cortos
- ☉ Suelen presentarse mejores rendimientos
- ☉ Las reacciones, regularmente resultan ser limpias

### 1.2.2 Microondas

Las microondas son un tipo de radiación electromagnética (Figura 1.2.2 a) no ionizante que causa movimiento molecular por migración de iones y rotación de dipolos, su intervalo de frecuencia es del orden de 300–300,000 MHz lo cual, en términos de longitud de onda es de  $1-10^{-2}$  m.

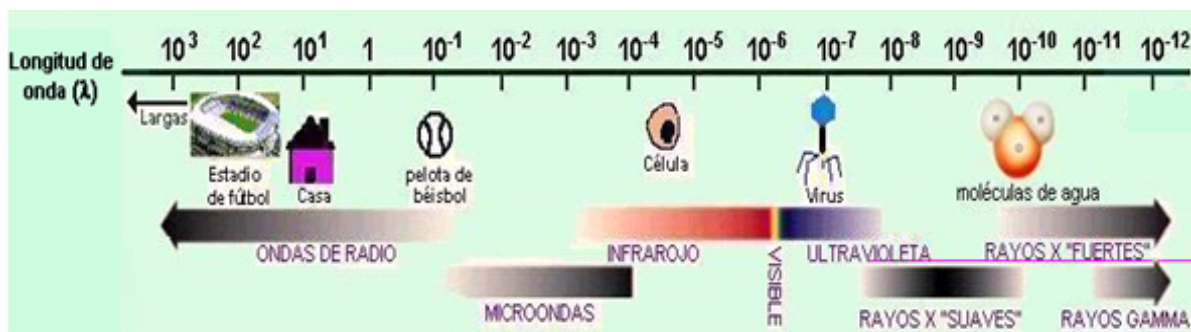


Figura 1.2.2 a Espectro electromagnético

Por convención se han establecido las siguientes frecuencias en la irradiación de microondas para uso industrial y científico:

- 915 ± 25 MHz
- 2450 ± 13 MHz
- 5800 ± 75 MHz
- 22125 ± 125 MHz

Precisamente, el instrumento de microondas comúnmente empleado para llevar a cabo reacciones químicas es un horno doméstico (Figura 1.2.2 b), con frecuencia de 2450 MHz el cual consta principalmente de cinco componentes:

1. Ventilador. Dispersa el vapor que es producido durante el proceso de irradiación y desvía las microondas para que se difundan por todo el horno.
2. Magnetrón. Es un diodo cilíndrico que actúa como un disipador el cual genera las microondas.

3. Temporizador. Permite controlar exactamente el tiempo durante el cual se irradian las microondas.
4. Panel de control. Dispositivo digital mediante el cual el operador determina el programa que requiere para cada proceso (tiempo y la potencia de irradiación).
5. Plato giratorio. Este dispositivo sirve para que se manifieste una irradiación lo más uniformemente posible.

Para el caso del horno de microondas focalizado (Figura 1.2.2 c), este último componente cambia por un dispositivo de agitación mecánica.

El proceso de calentamiento en estos hornos es el siguiente: la energía del microondas es producida por el magnetrón, el cual oscila rápidamente produciendo cierta frecuencia que es transmitida a través del espacio en forma de microondas, propagadas y directamente introducidas a la cavidad del horno. Esta energía produce calentamiento por conducción (debido a la fricción de las moléculas polares presentes en los productos a calentar o a reaccionar), por lo que este mecanismo no se manifiesta en sustancias con moléculas no polares, porque sus partículas no tienen movilidad como el caso de la porcelana o el vidrio.

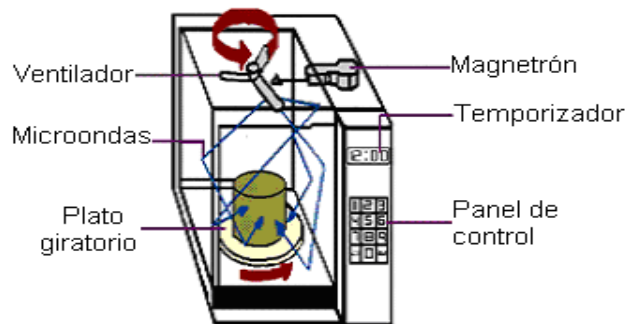
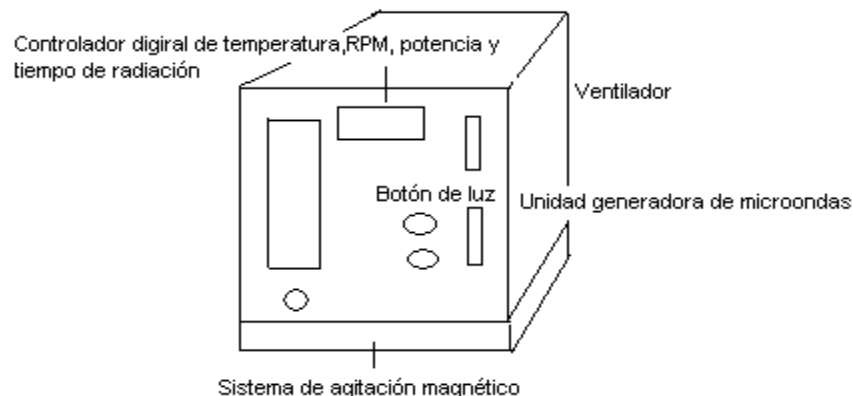


Figura 1.2.2 b Horno de microondas convencional



*1.2.2.1 Efectos secundarios y precauciones para el uso de microondas*

Los efectos de las radiaciones no ionizadas sobre el organismo son de distinta naturaleza en función de las frecuencias del microondas, son especialmente peligrosos por los efectos sobre la salud derivados de la gran capacidad de calentar que tienen.

Una exposición prolongada a la radiación de microondas produce cambios en la temperatura del cuerpo, a potencias altas y en tiempos prolongados de exposición pueden ser dañinas para el cerebro, para los ojos desarrollándose cataratas, en los genitales presentando esterilidad y en los órganos estomacales desarrollando cáncer. Como norma general se tendrá en cuenta que la exposición a radiaciones disminuye rápidamente a medida que aumenta la distancia entre el foco emisor y el individuo, por lo que el aumento de la distancia es la única medida preventiva efectiva para disminuir la exposición a campos electromagnéticos estáticos.

Como métodos de prevención para la exposición de irradiación a altas potencias se tienen los siguientes puntos:

1. La capacidad de una radiación para penetrar dentro de un objeto está en función de la longitud de onda de la misma y de las características estructurales del material
2. Una de las técnicas de protección ante las radiaciones electromagnéticas consiste en apantallar las radiaciones
3. La reducción del tiempo de exposición
4. La señalización de las zonas de exposición

**2. ANTECEDENTES DE REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN REALIZADAS CON MICROONDAS**

Ejemplos del uso de esta fuente alterna de energía es en las polimerizaciones, como la obtención de estireno en masa vía radicales mediante nitróxido. Los resultados de estos experimentos demostraron que la polimerización se llevo a cabo de una manera controlada, que la energía de irradiación de microondas tiene efecto considerable en el rango de polimerización siendo estos más rápidos que las realizadas bajo calentamiento convencional a la misma temperatura.

También se han llevado a cabo polimerizaciones por radicales libres en emulsión mediante nitróxido de estireno bajo irradiación de microondas a 135 °C. Las polimerizaciones se realizaron de manera controlada, mostrando el aumento del rendimiento en la conversión y en el peso molecular.

La polimerización, los pesos moleculares de polímeros y el tamaño medio de las partículas de este producto (látex) también fueron estudiados bajo dos métodos de calentamiento; la irradiación de microondas y convencional observándose un aumento en estas cualidades del polímero.

La polimerización vía radicales libres de los dialquil furanos (isopropil, ciclohexil, 2-etilhexil, 2-feniletil) bajo irradiación de microondas fueron realizadas a diferentes potencias de irradiación de microondas y concentraciones del iniciador PBO en donde se analizaron: el efecto de la estructura del monómero en la conversión, los pesos moleculares medios y encontrándose de igual forma un aumento significativo en los índices de la polimerización, respecto a los obtenidos mediante métodos térmicos o convencionales.

Recientemente se ha publicado la investigación de la reacción de policondensación de los monómeros 1-Naftaldeído dianhídrido y *N*-(4,6-diamino-1,3,5-triazin-2-il)-1-naftamida utilizando el horno de microondas doméstico a una energía de 2450 megaciclos, irradiada durante 8 minutos, utilizando *o*-cresol como solvente; la mezcla que resultaba fue precipitada en metanol para obtener el polímero poli(amida-imida) que fue caracterizado por medio de espectroscopía de RMN de  $H^1$ . Durante la polimerización la generación interna de calor del solvente y de los monómeros bajo la irradiación de microondas resultó más eficaz que la calefacción externa convencional.

Por lo que otra de las ventajas del uso de una cantidad pequeña de un solvente polar que se calienta por irradiación con microondas, actúa como amortiguador primario y como solvente para los materiales que reaccionan y que resultan; por lo tanto, el solvente permite que la inducción de la calefacción homogénea sea eficaz y convierta los monómeros a polímeros. En consecuencia, la irradiación de microondas es un método conveniente para producir polímeros de elevado peso molecular, con alta viscosidad y en un tiempo corto.

### **3. APLICACIONES DE IRRADIACIÓN DE MICROONDAS EN REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN**

Desde 1775, las técnicas fotoquímicas, catalíticas, sónicas y de alta presión, las han utilizado los químicos para acelerar reacciones químicas. Sin embargo, en esta década una nueva técnica proporcionó una alternativa para proporcionar energía a las reacciones: las microondas.

#### **3.1 Aplicación del polímero N,N-óxido polidimetilaminoetil metacrilato en el tratamiento de aguas residuales**

Entre las aplicaciones de este polímero se tienen:

1. Clarificación de aguas de desecho
2. Procesamiento de minerales
3. Fabricación de papel
4. Procesos de deshidratación de lodos

Específicamente como uso en la clarificación de aguas de desecho del polímero sintetizado, las cualidades que logra en estas son:

1. Permitir una rápida separación de sólidos suspendidos en fase líquida
2. Minimizar el contenido de sólidos en la fase líquida
3. Maximizar el contenido de sólidos en la fase sólida

De acuerdo con estas cualidades se le considera como un floculante polimérico, ya que contiene grupos funcionales iónicos polares, solubles en agua y capaces de desestabilizar y flocular sólidos suspendidos. Son útiles en el proceso de floculación para el tratamiento de efluentes industriales porque incrementa la eficiencia de los sedimentadores y tiene como función principal desestabilizar, agregar y unir las sustancias coloidales presentes en el agua, este proceso remueve turbiedad, color, bacterias, algas y otros organismos planctónicos, fosfatos y sustancias productoras de olores y sabores, además de precipitar sales orgánicas e inorgánicas. En consecuencia muestran una eficiente separación en comparación con los electrolitos comerciales porque su peso molecular, el grado de ramificación es alto, los agregados son más grandes y compactos.

Uno de los usos que han tenido los polímeros iónicos producidos a partir de compuestos N-óxidos es el inhibir la fibrogénesis normalmente asociada con la presencia de cuarzo en los pulmones de animales. Otro posible uso es como materia prima en la producción de matrices que interaccionan con la sal iónica en una pila seca y que generan, en un campo eléctrico, una corriente eléctrica.

Otro uso es como materia prima en la producción de matrices que interaccionan con la sal iónica en una pila seca y que generan en un campo eléctrico, una corriente. Actualmente polímeros con grupos de acrilamida se usa en la industria de fabricación de papel, además se prueban en la remoción de metales tóxicos de acuíferos.

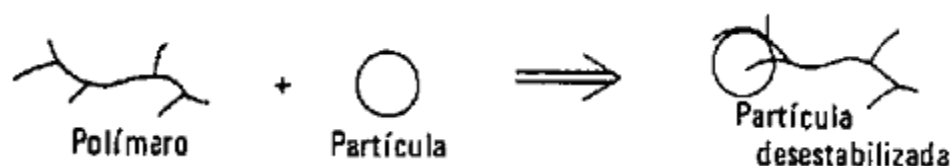
Para comprender la interacción entre las partículas que dan turbidez al agua y el polímero, se presenta a continuación la definición y el mecanismo de floculación.

#### **4. FLOCULACIÓN**

Coagulación es la desestabilización producida por compresión de las dobles capas eléctricas que rodean a todas las partículas coloidales, independiente de la concentración de la materia coloidal; floculación se define como la desestabilización por la adsorción de polímeros orgánicos y formación posterior de puentes partículas-polímero-partícula, la cual implica una dependencia lineal (estequiométrica) entre la dosificación óptima de coagulante y la concentración de materia coloidal.

La adsorción y enlace de puente interpartícula es el mecanismo por el cual el polímero oxidado sintetizado en el presente trabajo, flocula a las partículas.

Para una desestabilización eficaz, la molécula polimérica debe contener grupos químicos que puedan interaccionar con los lugares de la superficie de la partícula coloidal. Cuando una molécula polimérica se pone en contacto con una partícula coloidal, algunos de estos grupos se adsorben en la superficie de la partícula dejando el resto de la molécula prolongada hacia la solución. Obsérvese la siguiente figura 3.1 a.



**Figura 3.1 a** Adsorción inicial a la dosificación óptima de polímero

Si una segunda partícula con algunos lugares de adsorción vacantes se pone en contacto con estos segmentos prolongados, puede ocurrir una fijación, de este modo se forma un complejo partícula-polímero-partícula en la cual el polímero sirve de puente obsérvese la figura 3.1 b.

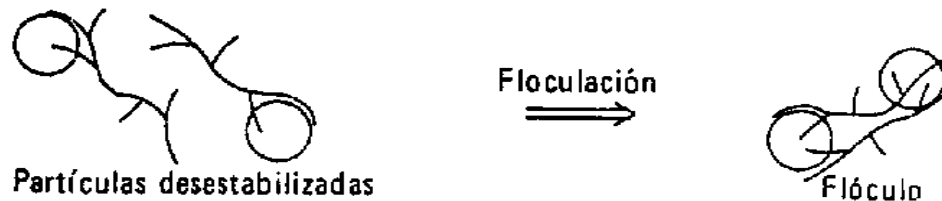


Figura 3.1 b Formación del flóculo

Si una segunda partícula está disponible con el tiempo, los segmentos prolongados pueden adsorberse eventualmente en otros lugares de la partícula original, de tal forma que el polímero ya no es capaz de servir como puente. Esto se observa en la figura 3.1 c.

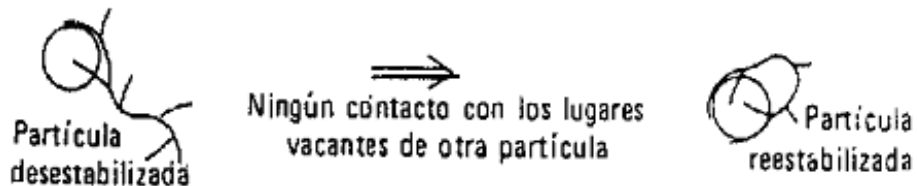


Figura 3.1 c Adsorción secundaria de polímero

Las dosificaciones de polímero suficientemente grandes como para saturar las superficies coloidales producen un coloide reestabilizado, ya que no se dispone de lugares para la formación de puentes entre partículas. Obsérvese la siguiente figura 3.1 d.

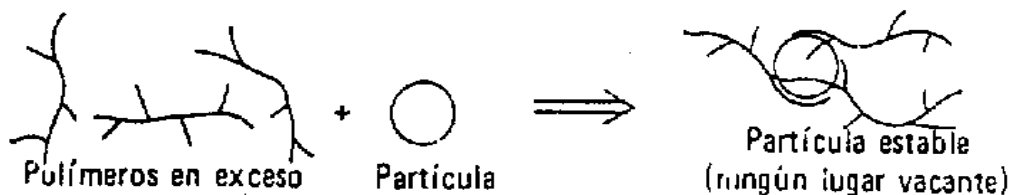


Figura 3.1 d Adsorción inicial para una dosificación de polímero en exceso

Bajo ciertas condiciones un sistema que ha sido desestabilizado y agregado puede ser reestabilizado por agitación extendida, debido a la rotura de los enlaces polímero-superficie y posterior repliegue de los segmentos prolongados sobre la superficie de las partículas. Obsérvese las figuras 3.1 e y 3.1 f.

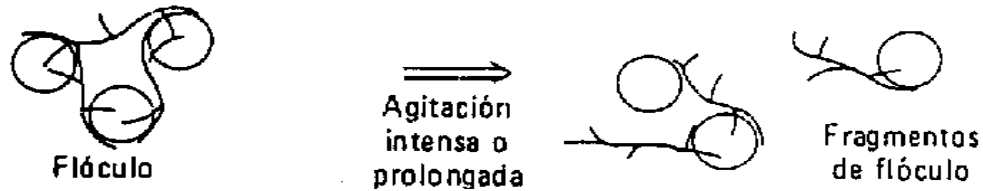


Figura 3.1 e Ruptura del flóculo

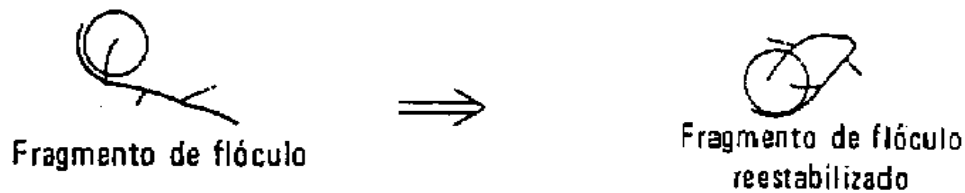


Figura 3.3 f Adsorción secundaria de polímero

## 4.1 Floculantes poliméricos

Un polímero es una cadena de pequeñas unidades o monómeros. Muchos polímeros sintéticos contienen solamente un tipo de monómero; algunos contienen dos o tres tipos de subunidades diferentes. El número total de unidades de un polímero sintético puede variar, produciéndose materiales de diferente peso molecular. Las cadenas pueden ser lineales o pueden tener varias ramificaciones.

Si una unidad monomérica de un polímero contiene grupos ionizables (por ejemplo: carboxilo, amino, grupos sulfónicos) el polímero se llama polielectrólito.

Los polielectrólitos son compuestos orgánicos sintéticos que tienen la habilidad de causar la agregación de suelos y sólidos finamente divididos en suspensiones acuosas. Comercialmente existen diferentes polielectrólitos, fabricados bajo diversos nombres por distintas compañías.

### 4.1.1 Clasificación de floculantes poliméricos

Una clasificación existente para los floculantes poliméricos es: sintéticos o naturales según sea el medio de obtención.

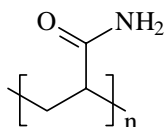
#### a. Polímeros floculantes sintéticos

Según sea el tipo de grupos ionizables de la unidad monomérica, un polielectrólito se clasifica como no iónico, aniónico, catiónico o anfótero.

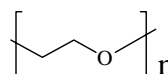


### 1. Polielectrólitos no iónicos

No contienen grupos ionizables, pueden usarse como coagulante o ayuda de coagulación, aunque se utilizan dosis más grandes. Las dosis normales de polímeros para polímeros no iónicos de 1 a 10 mg/L.



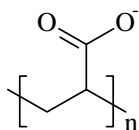
Poliacrilamida



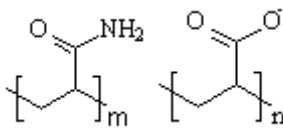
Óxido de etileno

### 2. Polielectrólitos aniónicos

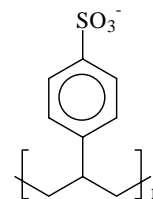
Son polímeros que al disolverse producen iones de carga negativa y por lo tanto se usan para remover sólidos de carga positiva, generalmente acompañados de sulfato de aluminio o un coagulante de hierro. Las dosis normales de polímeros aniónicos son de 0.1 a 1 mg/L. Por ejemplo:



Ácido poliacrílico



Poliacrilamida hidrolizada



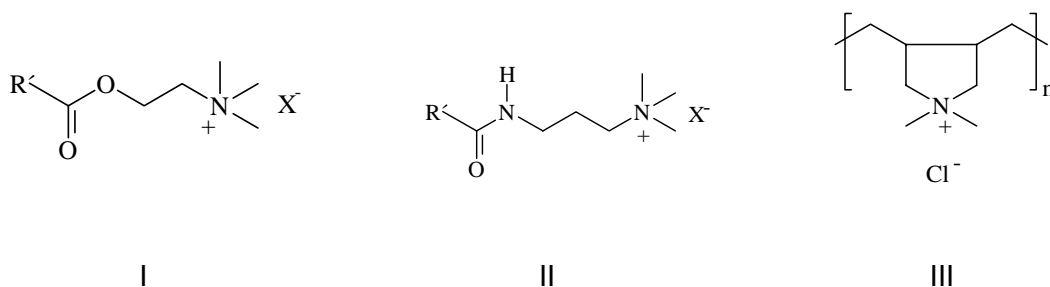
Poliestireno sulfonado

### 3. Polielectrólitos catiónicos

Al disolverse producen iones de carga positiva, se usan por lo tanto en aguas naturales y puede también utilizarse como floculante primario o acompañados de sulfato de aluminio o sulfato férrico.

Aproximadamente el 10% de los floculantes poliméricos son homopolímeros formados a partir de monómeros de amonio cuaternario con propiedades polielectrolíticas y con 100% de densidad de carga. Las dosis normales de polímeros catiónicos son de 0.1 a 1 mg/L.

Los polímeros catiónicos son copolímeros de acrilamida y aminas cuaternizadas, se forman por copolimerización directa con grupos cuaternarios como las estructuras I,II,III:



**b. Polímeros floculantes naturales**

El 97% de estos floculantes consiste en derivados del almidón, este es un polímero no iónico de glucosa y se obtiene principalmente a partir del maíz. Los derivados se obtienen introduciendo grupos catiónicos como aminas cuaternarias.

**4.1.2 Propiedades de floculantes poliméricos**

**a. Fuerza iónica**

Debido a que la mayoría de los floculantes poliméricos presentan propiedades polielectrolíticas, estos son muy sensibles a la variación de la fuerza iónica del medio. En ausencia de sales (mínima fuerza iónica), los polielectrolíticos presentan conformaciones extendidas debido a la repulsión interna de los grupos cargados en la macromolécula.

Al incrementar la fuerza iónica, los grupos con carga son solvatados por los contraiones del medio, disminuyendo con esto la repulsión intramolecular y consecuentemente disminuye también el volumen hidrodinámico de la macromolécula. Esto se manifiesta con una disminución de la viscosidad intrínseca de la solución al aumentar la concentración de sales (aumento de la fuerza iónica del disolvente), de tal forma que la disminución de la fuerza iónica crea una expansión del polímero en solución que a su vez induce una mayor interacción con las partículas en suspensión; esto lógicamente aumenta la probabilidad de floculación cuando el polímero es de elevado peso molecular.

**b. Efectos del pH**

En floculantes orgánicos, las variaciones del pH afectan la actividad del polímero y su mecanismo, por ejemplo, en polímeros con grupos amino, a bajos valores de pH estos grupos se protonan y la concentración óptima es baja. A elevados pH, los grupos amino protonados son escasos y la concentración de polímero para una floculación máxima es mayor.

Esto se relaciona directamente con el incremento de grupos cargados en la macromolécula cuando el grado de protonación es bajo. En este caso, la molécula del polímero se encuentra extendida y eso causa mayor interacción con las partículas suspendidas, de tal forma que la floculación ocurre por la formación de “puentes de polímero”.

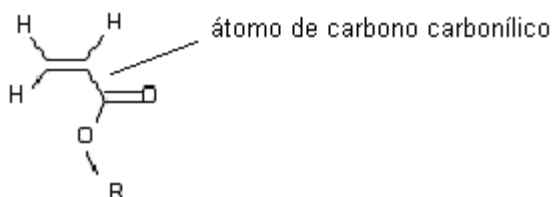
Los polímeros que contienen estructuras iónicas de tipo N-óxido (también llamados zwitteriónicos) presentan las siguientes características:

1. Elevada solubilidad en agua
2. Expansión molecular relativamente grande en disolventes con alta fuerza iónica
3. Estabilidad química

Para observar el comportamiento en la polimerización de otros monómeros en el uso de esta fuente de energía alterna, análogamente se llevó a cabo la reacción de otros derivados del ácido acrílico como el poliacrilato de butilo y el más conocido de los plásticos acrílicos que es el polimetacrilato de metilo.

## 5. ACRILATOS

Los acrilatos son una familia de polímeros que pertenecen a un tipo de polímeros vinílicos. Los poliacrilatos derivan de monómeros de acrilatos. Los monómeros acrilato son ésteres que contienen grupos vinílicos, es decir, dos átomos de carbono unidos por una doble ligadura, directamente enlazados al carbono del carbonilo.



## **5.1 Metacrilato de metilo**

Los primeros estudios sobre polímeros acrílicos fueron hechos en Alemania, en 1901, por el Dr. Otto Rohm. Fueron comercializados por primera vez en 1931 como recubrimientos y formando parte de vidrios de seguridad.

El más conocido de los plásticos acrílicos es el polimetacrilato de metilo (PMMA), y ha sido comercializado bajo los más diversos nombres: plexiglás, perspex, diakon, lucita, etc. Por ejemplo:

1. La barrera en la pista de hielo que impide que los discos de jockey sean proyectados hacia las caras de los espectadores
2. La compañía química Rohm y Haas hace ventanas con PMMA y las llama Plexiglás
3. Las Imperial Chemical Industries también las hacen y las llaman Lucita. El Lucita se utiliza para hacer las superficies de las bañeras, pilas de cocina y las siempre populares tinas de baño y duchas de una sola pieza, entre otras cosas

El polimetilmetacrilato es un termoplástico amorfo, transparente, incoloro, rígido pero quebradizo. Tiene una buena resistencia a la abrasión y a los rayos UV, una excelente claridad pero una resistencia débil a las temperaturas, a la fatiga y a los solventes. A pesar de ser inflamable, su emisión de humos es débil.

## **5.2 Acrilato de butilo**

El acrilato de butilo es un líquido incoloro, de olor característico. La sustancia puede polimerizar espontáneamente debido al calentamiento suave, bajo la influencia de luz y en contacto con peróxidos. Reacciona violentamente con oxidantes fuertes, originando peligro de incendio y explosión. Se puede absorber por inhalación y a través de la piel.

Para la identificación de los polímeros sintetizados: el N,N-óxido polidimetilaminoetil metacrilato, polimetacrilato de metilo y poliácrlato de butilo, se empleó la técnica de espectroscopía de RMN. En el siguiente apartado se presenta una síntesis sobre la interpretación de los espectros de esta misma

## 6. RMN

### **6.1 Interpretación de los espectros de resonancia magnética nuclear de H-1**

Antes de que pueda determinarse qué señales corresponden a núcleos específicos, debe fijarse la escala del espectro. Para fijar la escala en el espectro, se necesita un estándar. Este estándar es a menudo tetrametilsilano que da una sola señal y se fija como el punto 0 en el espectro.

A partir de la estructura de la molécula polimérica, se asignan con números los átomos de hidrógenos existentes, en el caso de ser equivalentes representarán un mismo número.

En un espectro se observan señales simples, dobles o grupos de señales más grandes que corresponden a cada átomo o átomos de hidrógeno asignados numéricamente.

Para la interpretación de las señales presentes en un espectro es importante conocer que:

1. El número de señales indica cuántos tipos de protones diferentes hay en una molécula
2. La posición de las señales indica si los protones del carbono próximo son alifáticos, alílicos, vinílicos, bencílicos, halógenos, etcétera
3. La intensidad de las señales indican cuántos protones de cada tipo existen
4. El desdoblamiento de una señal en varios picos informa sobre el entorno de un protón con respecto a otros protones cercanos, es decir, si se encuentran influenciados por los campos magnéticos de los hidrógenos adyacentes

Para detallar en la información anterior, se recomienda la consulta de la bibliografía en Química Orgánica mencionada en las referencias.

## **DESARROLLO EXPERIMENTAL**

### **1. REACTIVOS**

Los reactivos *N-N* dimetilaminoetilmetacrilato, metacrilato de metilo y acrilato de butilo fueron adquiridos en la compañía Aldrich®; estos fueron empleados con tratamiento previo para retirar el inhibidor presente; la anterior purificación se hizo con hidróxido de sodio adquirido en la compañía Baker Analyzed y sulfato de sodio en Técnica Química. Para la oxidación del compuesto se utilizó peróxido de hidrógeno adquirida en Fermont ácido acético glacial proporcionado por el laboratorio en que se llevo a cabo la experimentación. Los disolventes *n*-hexano, benceno y acetona, fueron grado analítico siendo utilizados sin tratamiento alguno.

### **2. EQUIPOS**

Los espectros de RMN <sup>1</sup>H fueron registrados en un espectrómetro Varian Unity 300, a 300 MHz, en disolución de benceno y agua deuterada usando tetrametilsilano como referencia interna. Para las reacciones en microondas se utilizó un horno convencional, marca SHARP (modelo MW 1040 WA), de 2450 MHz, a varias potencias y un horno de microondas focalizado MIC-I marca SEV. En relación a la irradiación infrarroja, se utilizó un reactor que fue diseñado por el grupo de investigación perteneciente a la Sección de Química Orgánica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, teniendo como base un equipo casero de microondas en el cual se sustituyó la fuente de microondas por una lámpara de irradiación infrarroja (marca OSRAM de 250 W).

### **3. CÁLCULOS**

La base de cálculo fueron 2 g de los monómeros DMAEMA, en la reacción de polimerización y oxidación, así como para el MMA y BA; esta cantidad se mantuvo constante, con sus respectivos iniciadores, reactivos y disolventes utilizados en los procedimientos. Para comprobar que los resultados obtenidos aplican en la polimerización a mayor escala, se realizaron pruebas con 10g de monómero y esto se especifica durante los resultados.

Nota: Incluidos en el ANEXO

#### **4. OBTENCIÓN DEL POLÍMERO FLOCULANTE PDMAEMA**

##### **4.1. Obtención del polímero floculante PDMAEMA utilizando técnica reportada**

###### *4.1.1 Purificación del monómero*

Se eliminaron los estabilizadores del monómero DMAEMA lavándolo con solución de sosa, para la separación de esta solución se utilizó un embudo de separación, para obtener la fase orgánica. Posteriormente se secó con sulfato de sodio y se filtró para separar los sólidos de la misma.

###### *4.1.2 Reacción de polimerización*

En un matraz de bola adaptado se agregaron 2 g de monómero y la correspondiente cantidad de iniciador se polimerizó en masa utilizando un agitador mecánico, aproximadamente a 100 RPM por 15 minutos, y con flujo de nitrógeno. Se calentó en atmósfera de nitrógeno a 70°C y se adicionaron 0.00102 g de AIBN disuelto en el mínimo benceno. La reacción se mantuvo a 70°C por 15 hrs con agitación mecánica.

El montaje del sistema mencionado anteriormente se muestra en la figura 4.1.2.



**Figura 4.1.2** Montaje experimental para reacción de polimerización

Al terminar la polimerización, se disolvió el polímero en la mínima cantidad de benceno y se precipitó en hexano frío. Se purificó con una redisolución en benceno y precipitación nuevamente en hexano frío. Se seco a vacío por 24 hrs., por ultimo se guardo en un recipiente ámbar cerrado.

### ***4.1.3 Reacción de oxidación del polímero***

Se disolvió el polímero en ácido acético glacial. Se calentó la solución a 70°C en agitación mecánica, posteriormente se agregó peróxido de hidrógeno al 30%; después de tres horas de reacción se adicionó un 30% de exceso de peróxido de hidrógeno, esta mezcla reaccionó en agitación por 18 horas.

### ***4.1.4 Purificación del polímero oxidado***

Se eliminó el ácido presente en el producto por medio de una destilación a presión reducida. El material oxidado se lavó repetidas veces con agua destilada hasta alcanzar un pH de 4; el agua se eliminó a presión reducida. La solución restante se neutralizó con solución de sosa hasta un pH de 6. Posteriormente se evaporó la mayor cantidad de agua y se precipitó el producto en acetona fría. Finalmente se secó a vacío por 24 horas y se almacenó en un recipiente de plástico cerrado.

## **4.2. Obtención del polímero en viales con horno de MO convencional**

### ***4.2.1 Purificación del monómero***

Los estabilizadores del monómero se eliminaron lavando con solución de sosa; para la separación de esta solución se utilizó un embudo de separación para obtener la fase orgánica. Se secó posteriormente con sulfato de sodio y se filtró para separar sólidos de la misma.

### ***4.2.2 Reacción de polimerización***

En pequeños viales se agregaron cantidades de monómero (2 g) por separado y la correspondiente cantidad de iniciador (0.00102 g), estos mismos viales se colocaron en el horno de MO para iniciar la reacción se hicieron variaciones de la potencia del horno (100 a 900 W) y tiempo de reacción dependiendo de la potencia (a mayor potencia, menor tiempo), cantidad de monómero (2 y 10 g) y con presencia del iniciador AIBN.



### **4.3 Obtención del polímero en vaso Dewar normal en horno de MO convencional**

#### *4.3.1 Purificación del monómero*

Los estabilizadores del monómero se eliminaron lavando con solución de sosa, para la separación de esta solución se utilizó un embudo de separación para obtener la fase orgánica. Se secó posteriormente con sulfato de sodio y se filtró para separar sólidos de la misma.

#### *4.3.2 Reacción de polimerización*

En un vaso Dewar se agregaron cantidades de monómero (2 g) por separado y la correspondiente cantidad de iniciador (0.00102 g), este mismo vaso se colocó en el horno de microondas para iniciar la reacción aquí se hicieron variaciones de la potencia del horno (500, 800 y 1000 W) y tiempo de reacción (a mayor potencia menor tiempo), cantidad de monómero, con iniciador (BPO). En la figura 4.3.2 se muestra el montaje de la reacción de polimerización.



*Figura 4.3.2 Reacción de polimerización en vaso Dewar con horno de microondas*

### **4.4 Obtención del polímero floculante en vaso Dewar adaptado para flujo de nitrógeno con horno de microondas convencional**

#### *4.4.1 Purificación del monómero*

Los estabilizadores del monómero se eliminaron lavando con solución de sosa; para la separación de esta solución se utilizó un embudo de separación, para obtener la fase orgánica. Se secó posteriormente con sulfato de sodio y se filtró para separar sólidos de la misma.

### 4.4.2 Reacción de polimerización

En un vaso Dewar adaptado se agregaron cantidades de monómero (2 g) por separado y se inyectó flujo de nitrógeno por 15 minutos, esto se hizo en repetidas ocasiones.

Finalmente también se inyectó la cantidad requerida de iniciador (0.00102 g) disuelta en una mínima cantidad de benceno (figura 4.4.2), este mismo vaso se colocó en el horno de microondas para iniciar la reacción, aquí se hicieron variaciones: cantidad de monómero (10 y 2 g), potencia del horno (500, 600 y 800), tiempo de reacción (a mayor potencia, menor tiempo), inyección o no de nitrógeno, cambio del iniciador (BPO, TAFF y AIBN) además de agregar o no el mismo.



**Figura 4.4.2** Reacción de polimerización en vaso Dewar adaptado para inyección de nitrógeno con horno de microondas

### 4.4.3 Reacción de oxidación del polímero

En un vaso Dewar adaptado se agregaron 2 g de polímero y la correspondiente cantidad de ácido acético para su disolución, posteriormente se agregó peróxido de hidrógeno al 30%; este mismo vaso se colocó en el horno de microondas a una potencia de 600 W para iniciar la reacción, se adicionó un 30% de exceso de peróxido y de nuevo se dejó reaccionar. .

### 4.4.4 Purificación del polímero oxidado

Se eliminó el ácido presente en el producto por medio de una destilación a presión reducida. El material oxidado se lavó repetidas veces con agua destilada la cual hasta alcanzar un pH de 4; también el agua se eliminó a presión reducida. La solución restante se neutralizó con una solución de sosa 0.1 M de hasta un pH de 6.

Posteriormente se evaporó la mayor cantidad de agua y se precipitó el producto en acetona fría. Finalmente se secó a vacío por 24 horas y se almacenó en un recipiente de plástico cerrado.

## **4.5 Obtención del polímero en horno de rayos IR e inyección de nitrógeno**

### *4.5.1 Purificación del monómero*

Los estabilizadores del monómero se eliminaron lavando con solución de sosa, para la separación de esta solución se utilizó un embudo de separación, para obtener la fase orgánica. Se secó posteriormente con sulfato de sodio y se filtró para separar sólidos de la misma.

### *4.5.2 Reacción de polimerización*

En un pequeño vial se hicieron pruebas agregando 2 g de monómero, se inyectó flujo de nitrógeno por 15 minutos y la correspondiente cantidad de iniciador (0.00102 g), el mismo vial se colocó en el horno de rayos IR para iniciar la reacción (figura 4.5.2), aquí la potencia del horno utilizada fue de 100 W y el tiempo de reacción excedió 2 h.



**Figura 4.5.2** *Reacción de polimerización en horno de rayos infrarrojos*

## **4.6 Obtención del polímero en MIC-I**

### *4.6.1 Purificación de monómero*

Los estabilizadores del monómero se eliminaron lavando con solución de sosa; para la separación de esta solución se utilizó un embudo de separación para obtener la fase orgánica. Se secó posteriormente con sulfato de sodio y se filtró para separar sólidos de la misma.

#### ***4.6.2 Reacción de polimerización***

En el tubo del horno de microondas se agregaron 2 g del monómero purificado, se inyectó flujo de nitrógeno por 15 minutos y finalmente también se inyectaron 0.00102 g, de AIBN disuelto en una mínima cantidad de benceno, este mismo tubo se colocó en el horno de microondas para iniciar la reacción (Figura 4.6.2); primero se hicieron variaciones de tiempo utilizando fijos los siguientes valores: potencia del horno 552 W (máximo valor que se puede trabajar en MIC-I), 100 RPM y 70°C y posteriormente se varió la potencia ahora utilizando como valores fijos : tiempo de reacción de 1 h, 100 RPM y 70°C.



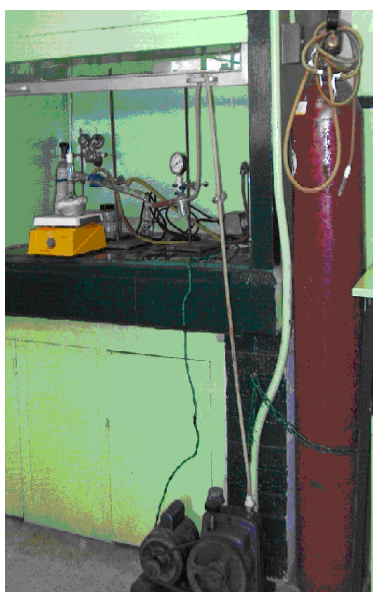
***Figura 4.6.2*** Reacción de polimerización en MIC-I

#### ***4.6.3 Reacción de oxidación del polímero***

En el tubo de reacción del horno se agregó el polímero y el ácido para su disolución, posteriormente se agregó peróxido de hidrógeno al 30% y se colocó en el horno de microondas para iniciar la reacción, después de 5 minutos de reacción se adicionó un 30% de exceso de peróxido de hidrógeno y de nuevo se dejó reaccionar.

### **4.6.4 Purificación del polímero oxidado**

Se eliminó el exceso de ácido presente en el producto por medio de una destilación a presión reducida (figuras 4.6.4 a y b). El material oxidado se lavó repetidas veces con agua destilada hasta alcanzar un pH de 4; el exceso de agua se eliminó a presión reducida. La solución restante se neutralizó con la solución sosa hasta un pH de 6. Posteriormente se evaporó la mayor cantidad de agua y se precipitó el producto en acetona fría. Finalmente se secó a vacío por 24 horas y se almacenó en un recipiente de plástico cerrado.



**Figuras 4.6.4 a y b Purificación de polímero oxidado**

## **5. OBTENCIÓN DEL POLÍMERO MEME**

### **5.1 Purificación del monómero**

Los estabilizadores del monómero se eliminaron lavando con solución de sosa; para la separación de esta solución se utilizó un embudo de separación para obtener la fase orgánica. Se secó posteriormente con sulfato de sodio y se filtró para separar sólidos de la misma.

### **5.2 Reacción de polimerización en baño maría**

En el tubo de ensaye se agregaron 2 g del monómero purificado y 0.00102 g del iniciador (BPO), posteriormente se colocó a baño maría.

### **5.3 Reacción de polimerización en MIC-I**

En el tubo de reacción se agregaron 2 g del monómero purificado y 0.00102 g del iniciador (BPO), posteriormente se colocó en horno de microondas focalizado a una potencia de 216 y 552 W, 100 RPM y 70°C.

### **5.4 Reacción de polimerización en IR**

En un vial se agregaron 2 g del monómero purificado y 0.00102 g del iniciador (BPO), posteriormente se colocó en el horno de rayos IR a una potencia de 100 V.

## **6. OBTENCIÓN DEL POLÍMERO ABU**

### **6.1 Purificación del monómero**

Los estabilizadores del monómero se eliminaron lavando con solución de sosa; para la separación de esta solución se utilizó un embudo de separación para obtener la fase orgánica. Se secó posteriormente con sulfato de sodio y se filtró para separar sólidos de la misma.

### **6.2 Reacción de polimerización en baño maría**

En el tubo de ensaye se agregaron 2 g del monómero purificado y 0.00102 g del iniciador (BPO), posteriormente se colocó a baño maría.

### **6.3 Reacción de polimerización en MIC-I**

En el tubo de reacción se agregaron 2 g del monómero purificado y 0.00102 g del iniciador (BPO), posteriormente se colocó en horno de microondas focalizado a una potencia de 216 y 552 W, 100 RPM y 70°C.

### **6.4 Reacción de polimerización en IR**

En un vial se agregaron 2 g del monómero purificado y 0.00102 g del iniciador (BPO) y se colocó posteriormente en el horno de rayos IR a una potencia de 100 V.

## **7. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS**

Es importante mencionar que los siguientes puntos fueron aplicados en la experimentación.

- 1) El parámetro limitante establecido para los tiempos de reacción fue la observación en el incremento de la viscosidad en los productos
- 2) En el proceso de purificación después de la reacción de polimerización, se aprecia la formación de precipitado de color blanco y textura viscosa

La caracterización de los tres monómeros y de los dos iniciadores (BPO y AIBN) se llevó a cabo por medio de RMN; los resultados de lo anterior se observan en el apéndice:

Espectro A: monómero DMAEMA

Espectro B: monómero MMA

Espectro C: monómero BA

Espectro D: iniciador AIBN

Espectro E: iniciador BPO

### **7.1 Polímero floculante PDMAEM utilizando técnica reportada**

#### **7.1.1 Reacción de polimerización**

Las características del producto de la reacción de polimerización son las siguientes:

Producto viscoso, color amarillo tenue; al ser purificado formó un precipitado color blanco y después del secado a vacío un sólido transparente no uniforme, con propiedades de resistencia que corresponden a las de un plástico amorfo, lo cual era predecible debido a que el grupo metacrilato fue el polimerizado.

### 7.1.2 Reacción de oxidación

Se obtuvo un producto de reacción sólido con las apariencias de polvo fino blanco y granulado café claro

### 7.2 Polímero en viales con horno de MO convencional

En la tabla 7.2 a se observan las características de los productos de la reacción de polimerización obtenidos utilizando viales en el horno de microondas.

**Tabla 7.2 a** Resultados de polimerización en horno de MO convencional (2 g)

NO. DE PRUEBA	POTENCIA (W)	TIEMPO (min)	OBSERVACIONES *
1	100	196	Producto transparente de media viscosidad
2	400	13.5	Producto color café oscuro
3	400	14	Producto color café oscuro
4	500	6	Producto color ámbar oscuro
5	500	12	Producto color amarillo oscuro
6	600	8	Producto color café oscuro
7	800	3.5	Sin cambios
8	800	6	Sin cambios
9	900	4	Producto transparente, que pasado el tiempo tomo un color amarillo claro
10	900	4	Producto incoloro
11	900	4	Producto color café oscuro
12	900	4	Producto color café oscuro
13	900	5	Producto color café oscuro
14	900	5	Producto color ámbar oscuro
15	900	16	Producto color amarillo intenso
16	1000	7.5	Producto color amarillo intenso

\* En estos productos de reacción se obtuvo una cantidad mínima comparada con la cantidad de monómero agregado inicialmente



Gracias a los resultados observados con cantidades de 2 g de monómero, esto mostrado en la tabla anterior, se realizó una prueba ahora con 10 g del mismo, para comprobar que los resultados obtenidos fueran aplicables a una escala mayor. La tabla 7.2 b muestra los resultados obtenidos.

**Tabla 7.2 b** Resultados de polimerización en horno de MO convencional (10 g)

NO. DE PRUEBA	POTENCIA (W)	TIEMPO (min)
17	500	30

Se observó que solo aproximadamente un gramo de producto quedó en el vial, por lo que los 9 gramos de monómero se habían evaporado debido a las altas temperaturas manejadas en el horno, además del olor característico del monómero presente en el ambiente. Para evitar este efecto se utilizaron vasos Dewar con adaptación de un compartimiento para hielo seco.

### **7.3 Polímero en vaso Dewar normal en horno de MO convencional**

La tabla 7.3 muestra los resultados obtenidos cuando se utilizó el vaso Dewar mencionado anteriormente.

**Tabla 7.3** Resultados de polimerización en vaso Dewar con horno de MO convencional

NO. DE PRUEBA	POTENCIA (W)	TIEMPO (min)	OBSERVACIONES
1	500	122	Sin cambios, líquido amarillo
3	800	150	Sin cambios, líquido amarillo
2	1000	100	Sin cambios, líquido amarillo

Debido a las características observables como la coloración amarilla, el nulo cambio en la viscosidad de los productos de las tabla 7.3 se decidió hacer una adaptación al vaso Dewar para poder inyectar flujo de nitrógeno y mantener una atmósfera inerte necesaria para no detener la reacción en cadena por presencia de la impureza que en este caso es el oxígeno.

## 7.4 Polímero floculante en vaso Dewar adaptado para flujo de nitrógeno con horno de MO convencional

### 7.4.1 Reacción de polimerización

Las siguientes anotaciones muestran los resultados arrojados en las pruebas hechas con la utilización del vaso mencionado anteriormente, cabe mencionar que debido a las observaciones hechas en el comportamiento de las experimentaciones se decidieron hacer variaciones; como: la inyección de nitrógeno e inyección de diferentes iniciadores.

**Tabla 7.4.1 a** Resultados de polimerización con y sin flujo de nitrógeno en horno de MO convencional

NO. DE PRUEBA	INICIADOR	INYECCIÓN DE NITRÓGENO	POTENCIA (W)	TIEMPO (min)	OBSERVACIONES
1	Sin iniciador	Si	600	40	Desde los 10 minutos el color del producto tomó una coloración amarillenta, al enfriarlo aumentó su viscosidad
2	TAFF	Si	600	30	Producto viscoso y amarillento, que después de la purificación se formó una capa de sólido con presencia de la arcilla en la superficie
3	BPO	Si	800	35	Según el tiempo avanzaba la viscosidad también; el producto formado se disolvió en benceno y se colocó a vacío por 24 horas sin cambio alguno
4	AIBN	No	600	40	Producto que tomó una tonalidad amarillenta conforme pasaba el tiempo
5	AIBN	No	800	30	El producto tomó una coloración amarillenta, aumentando poco su viscosidad y aun más al enfriarlo
6	AIBN	Si	500	20	Producto líquido muy viscoso, que después de purificarlo con benceno y hexano y ponerlo a vacío se formó una capa con aspecto de resina
7	AIBN	Si	600	30	Producto líquido con coloración amarillo tenue y viscoso que al enfriarse aumentó esta última; después de la purificación con benceno y hexano y dejarlo a vacío durante 24 hrs., se formó una capa con aspecto de resina

Con base en estos resultados, se dedujo la importancia del flujo de nitrógeno para mantener una atmósfera inerte; además de la formación de producto con diferentes iniciadores; por lo tanto, se llevó a cabo una cinética de reacción combinando potencia y tiempo de reacción utilizando como opciones tres iniciadores diferentes y con ausencia del mismo.

**Tabla 7.4.1 b** Resultados de polimerización con flujo de nitrógeno en horno de MO convencional (2 g)

NO. DE PRUEBA	INICIADOR	POTENCIA (W)	TIEMPO (min)	OBSERVACIONES
1	-	200	30	Producto líquido amarillo no viscoso. Después de la purificación y secado se obtuvo muy poca cantidad de sólido adherido a las paredes
2	-	400	35	Ídem prueba 1
3	-	600	25	Ídem prueba 1
4	-	800	20	Ídem prueba 1
5	-	1000	20	Ídem prueba 1
6	BPO	200	60	Producto amarillo más claro comparado con pruebas de 1-5. Después de la purificación y secado el sólido obtenido no cambio de color
7	BPO	400	55	Ídem prueba 6
8	BPO	600	45	Ídem prueba 6
9	BPO	800	35	Ídem prueba 6
10	BPO	1000	30	Ídem prueba 6
11	TAFF	200	30	Producto líquido amarillo no viscoso. Después de la purificación y secado se formó una capa de sólido con presencia de arcilla en la superficie
12	TAFF	400	35	Ídem prueba 11
13	TAFF	600	40	Ídem prueba 11
14	TAFF	800	30	Ídem prueba 11
15	TAFF	1000	22	Ídem prueba 11
16	AIBN	200	25	Producto líquido viscoso, amarillo tenue. Después de la purificación y secado la cantidad obtenida fue mayor que en pruebas anteriores
17	AIBN	400	18	Ídem prueba 16
18	AIBN	600	22	Ídem prueba 16
19	AIBN	800	15	Producto líquido viscoso, incoloro. Después de la purificación y secado la cantidad obtenida fue mayor que en pruebas anteriores
20	AIBN	1000	12	Ídem prueba 19

Como se ve en la tabla anterior, el iniciador que mejores resultados arrojó fue el AIBN, debido a las potencia altas (600, 800 y 1000 W) y en consecuencia menores tiempos de reacción; sin embargo se utilizo la potencia de 600 W por consumir menor cantidad de energía en comparación con 1000 W y obteniéndose los mismos resultados en cuanto a cualidades y características de producto.

La caracterización por RMN de algunos de los productos, se puede observar en:

Espectro F: Prueba 3

Espectro G: Prueba 6

Espectro H: Prueba 10

Espectro I: Prueba 11

Espectro K: Prueba 15

Espectro L: Prueba 19

Un análisis comparativo para los espectros mencionados anteriormente se puede hacer para el espectro A, en el cual se aprecia que en 5.6 y 6.1 ppm existen las señales dadas por H-1 y H-2 del carbono vinílico del DMAEMA el cual al ser polimerizado cambia su estructura y esto se observa en los espectros F y L con la aparición de una sola una señal en 2.2 ppm perteneciente al H-1 del carbono alifático; así también las señales de H-3 y H-5 del espectro B se desplazan hacia la derecha: Por lo tanto podemos decir que si se llevó a cabo la polimerización.

Comparando los valores de integración de las señales de los espectros se observa que no es factible la obtención de los rendimientos correspondiente del monómero y el los productos polimerizados.

Teniendo conocimiento del mejor iniciador y potencia óptima de reacción se realizaron las siguientes pruebas con mayor cantidad de monómero (10 g), para comprobar que los resultados obtenidos se aplican a mayor escala.

**Tabla 7.4.1 c** Resultados de polimerización con flujo de nitrógeno en horno de MO convencional  
(10 g)

NO. DE VIAL	POTENCIA (W)	TIEMPO (min)
21	800	60
22	800	65
23	800	58

Con esto se deduce que a mayor cantidad de polímero se requiere también mayor tiempo de reacción.

#### **7.4.2 Reacción de oxidación**

Con las condiciones óptimas encontradas anteriormente, se polimerizó una considerable cantidad de monómero para a continuación hacer la oxidación con cantidades de 1g.

Las siguientes anotaciones muestran los resultados arrojados en las pruebas hechas.

**Tabla 7.4.2** Resultados de oxidación del polímero

<b>NO. DE PRUEBA</b>	<b>POTENCIA (W)</b>	<b>TIEMPO (min)</b>	<b>OBSERVACIONES</b>
1	800	10	Producto sólido café insoluble en agua, posiblemente pirolizado.
2	800	4	Producto sólido café insoluble en agua con poca cantidad de líquido amarillo, posiblemente pirolizado.
3	600	11	Ídem 1
4	600	8	Producto líquido café insoluble en agua con poca cantidad de líquido amarillo,
5	600	4	Producto líquido amarillo viscoso

Posteriormente a dos gramos de polímero oxidado obtenido en las condiciones óptimas: potencia de 600 W, y tiempo de 4 minutos se purificó y se obtuvo un producto sólido con las apariencias de polvo fino blanco en mayor cantidad comparado con el obtenido en la reacción reportada en la literatura, el espectro de RMN correspondiente esta contenido en el apéndice como espectro O.

En este espectro se observa que las señales correspondientes a los átomos de los hidrógenos 1, 2, 3, 4, 5, 6 se desplazan a la izquierda debido a que estos son desprotegidos por la formación del enlace de la cadena polimérica con el oxígeno.

#### **7.5 Polímero en horno de rayos IR**

Como otra propuesta de uso de fuente de energía alterna de activación de la reacción considerando el contexto de la Química Verde, se utilizaron rayos de infrarrojo.

La tabla 7.5 muestra los resultados obtenidos, con las pruebas hechas en el horno de rayos infrarrojos.

**Tabla 7.5** Resultados de polimerización en horno de rayos IR

NO. DE PRUEBA	INICIADOR	INYECCIÓN DE NITRÓGENO	POTENCIA (V)	TIEMPO (min)*	OBSERVACIONES
1	AIBN	No	100	-	Producto líquido amarillo
2	AIBN	No	100	-	Ídem 1
3	AIBN	No	100	-	Ídem 1
4	AIBN	Si	100	-	Producto líquido viscoso con tonalidad ámbar
5	AIBN	Si	100	-	Ídem 4

\*Los tiempos obtenidos para cada caso excedían las dos horas, con estos resultados no convincentes a nuestros objetivos se descartó esta fuente de energía para llevar a cabo la reacción.

## 7.6 Polímero floculante en MIC-I

### 7.6.1 Reacción de polimerización

Según la técnica reportada por Anleu y Cardoso, dice que la reacción de polimerización se lleva a cabo a 100 RPM y la de oxidación a 150 RPM, a una temperatura constante de 70°C para ambos casos. El MIC-I presenta la ventaja de controlar digitalmente: T, RPM, P y  $\theta$  y si se tiene como referencia 1800 RPM que equivale al 100%, entonces, extrapolando para los valores anteriores se tiene lo siguiente los obtenidos en la siguiente tabla:

**Tabla 7.6.1 a** Valores para la agitación en reacción de polimerización y oxidación en MIC-I

	MIC-I	REACCIÓN DE POLIMERIZACIÓN	REACCIÓN DE OXIDACIÓN
RPM	1800	100	150
%	100	6	8

Por lo tanto se trabajó para la reacción de polimerización (para 2g de monómero con AIBN como iniciador) a 100 RPM (6%) y la reacción de oxidación a 150 RPM (8%), a una temperatura constante de 70°C. y a un nivel de potencia de radiación de 10 el cual corresponde a una potencia de 552 W, eligiéndose este valor máximo debido a los resultados y análisis aportados en el apartado 7.4.1.

**Tabla 7.6.1 b** Resultados de polimerización en MIC-I variando tiempo de reacción

NO. DE PRUEBA	TIEMPO (min)	OBSERVACIONES
1	25	Producto líquido viscoso, amarillo tenue, después de la purificación y secado se obtuvo un sólido amorfo transparente
2	30	Ídem 1
3	50	Producto líquido viscoso, amarillo mas claro que prueba 3, después de la purificación y secado se obtuvo un sólido amorfo transparente, en mayor proporción que en las pruebas 1 y 2
4	55	Producto líquido muy viscoso, transparente, después de la purificación y secado se obtuvo un sólido amorfo, en mayor proporción que en la prueba 3
5	60	Ídem 4, con mayor proporción que en prueba 4

Gracias a los resultados reportados en la tabla anterior se obtuvo el tiempo óptimo (1 hora) de la reacción de polimerización, para proceder a encontrar la potencia de radiación óptima, por lo que se realizaron las siguientes pruebas; es importante mencionar que se trabajó con la misma temperatura (70°C) y RPM (100).

**Tabla 7.6.1 c** Resultados de polimerización en MIC-I variando potencia de reacción

NO. DE PRUEBA	POTENCIA (W)	OBSERVACIONES
1	216	Producto líquido muy viscoso, transparente, después de la purificación y secado se obtuvo un sólido amorfo
2	264	Ídem 1
3	312	Ídem 1
4	408	Ídem 1
5	504	Ídem 1
6	552	Ídem 1, obteniéndose mayor cantidad de producto polimerizado que en las anteriores

Con los datos que se obtuvieron de las dos tablas anteriores se comprobó que la potencia óptima es de 552 W y tiempo de radiación óptimo es de una hora y se observó que estos resultados son independientes de la cantidad de monómero a polimerizar.

Para la caracterización de los productos obtenidos en la tabla se realizaron sus correspondientes espectros (P y Q) por medio de RMN, observándose el mismo comportamiento, que se describió anteriormente en la detección de señales.

### *7.6.2 Reacción de oxidación*

Con la potencia óptima encontrada anteriormente, se polimerizaron 10 g de monómero para posteriormente oxidar con cantidades de 2 g de polímero.

Las siguientes anotaciones muestran los resultados arrojados en las pruebas hechas.

**Tabla 7.6.2** Resultados de oxidación del polímero

<b>NO. DE PRUEBA</b>	<b>TIEMPO (min)</b>	<b>OBSERVACIONES</b>
1	20	Producto líquido viscoso, amarillo
2	25	Ídem 1
3	30	Producto líquido muy viscoso, amarillo
4	40	Ídem 3

Como se observa el tiempo óptimo de radiación es de 30 minutos e igualmente por ser microondas focalizado es independientemente de la cantidad de polímero a oxidar; no se eligió el tiempo de 40 minutos por mantenerse constante las características.

## **7.7 Polimerización del monómero MMA**

Con los resultados reportados en la tabla 7.7 se observan que la fuente de activación en la que el tiempo de reacción es mínimo es en MO, en donde el uso de menor energía requiere mayor tiempo de reacción y viceversa.

En comparación al método tradicional (baño maría) y con rayos infrarrojos el tiempo se reduce de 13 y 6 veces respectivamente con MO.



**Tabla 7.7 Resultados de polimerización de MMA**

NO. DE PRUEBA	FUENTE DE ACTIVACIÓN	POTENCIA	TIEMPO (min)	OBSERVACIONES
1	Baño maría	-	23	Producto sólido amorfo transparente
2	IR	100 V	20	Ídem 1
3	MIC-I	216 W	10	Ídem 1
4	MIC-I	552 W	1.5	Ídem 1

La caracterización de algunos de los productos de la tabla 7.7, se puede observar en:

Espectro R: Prueba 1

Espectro S: Prueba 3

En el espectro B, se aprecia que en 6 y 6.2 ppm existen las señales dadas por H-1 y H-2 del carbono vinílico del PMMA el cual al ser polimerizado cambia su estructura; esto se comprueba en los espectros R y S con la aparición de una sola una señal en 3.3 ppm perteneciente al H-1 del carbono alifático. Por lo tanto podemos decir que se llevó a cabo la polimerización.

### **7.8 Polimerización del monómero BA**

En la tabla 7.8 se observa que en la polimerización de este monómero el IR no es factible; también que la fuente de activación en la que el tiempo de reacción se abate es con microondas y en comparación al método tradicional (baño maría) es 4 veces menor, aplicándose la misma observación que el punto anterior, en cuanto al uso de la cantidad de energía.

**Tabla 7.8 Resultados de polimerización de BA**

NO. DE PRUEBA	FUENTE DE ACTIVACIÓN	POTENCIA	TIEMPO DE REACCIÓN (min)	OBSERVACIONES
1	Baño maría	-	20	Producto líquido transparente muy viscoso
2	IR	100 V	*	-
3	MIC-I	216 W	10	Ídem 1
4	MIC-I	556 W	5	Ídem 1

\*Los tiempos obtenidos para este caso excedían las dos horas, con estos resultados no convincentes nuestros objetivos se descartó esta fuente de energía para llevar a cabo la reacción

La caracterización de algunos de los productos de la tabla 5.8, se puede observar en:

Espectro T: Prueba 1
















Espectro U: Prueba 3

















En el espectro C, se aprecia que en 6 y 6.3 ppm existen las señales dadas por H-1 y H-2 del carbono vinílico del PBA el cual al ser polimerizado cambia su estructura; esto se comprueba en los espectros T y U con la aparición de una sola una señal en 1.1 ppm perteneciente al H-1 del carbono alifático. Por lo tanto podemos decir que se llevó a cabo la polimerización.













## CONCLUSIONES

- 🌐 En el trabajo experimental se polimerizaron el poli *N-N* dimetilaminoetil metacrilato, poliacrilato de butilo y polimetacrilato de metilo, mediante el protocolo de la Química Verde considerando el principio de fuentes alternas de activación con esto se generó conocimiento de ésta nueva filosofía y así se cumplió el objetivo general.
- 🌐 Se logró sintetizar en las etapas de polimerización y oxidación el polímero N-Oxido polidimetilaminoetil metacrilato por lo que se realizó una mejora en el sistema de obtención de este mismo, y así se cubrió el primer objetivo particular.
- 🌐 Comparativamente, y respecto a la metodología tradicional, con ésta nueva técnica se ahorraron 14 horas de reacción en la polimerización, y 17 horas 15 minutos en la de oxidación en comparación con el uso de energía eléctrica como medio de calentamiento.
- 🌐 Análogamente se logro llevar a cabo la polimerización de otros derivados acrílicos (metacrilato de metilo y acrilato de butilo), utilizando microondas como fuente alterna de activación logrando tiempos de reacción menores en comparación a métodos tradicionales.
- 🌐 Se caracterizaron satisfactoriamente los productos de polimerización haciendo uso de la RMN de  $^1\text{H}$ .

## REFERENCIAS

-  Ahrens D., *Meteorology today an introduction to weather and the environment*, West Publishing Company, U.S.A, **2000**
-  American Chemical Society, *QuimCom*, Addison Wesley Longman, p17, **1998**
-  Anleu E., Cardoso J., Manero O., *Síntesis y propiedades de floculación del polímero N-óxido*, Applied Polymer Science, Vol. 86, p 2693-2700, **2002**
-  Monroy Soto V.M. y Galin J.C., *Floculantes poliméricos empleados en el tratamiento de aguas*, Polymer, Vol 25, p 254-256, **1984**
-  Buswell A. M. y Long H., *Journal American Water Works Association*, Vol 10, p 556-560, **1923**
-  Dubin Paul L., Penges Tony, *Colloid-polymer interactions particule*, American Chemical Society, USA, **1993**
-  Ebeling James M., Welsh Carla F. y Rishel Kata L., *Performance evaluation of an inclined belt filter using coagulation/flocculation aids for the removal of suspended solids and phosphorus from microscreen backwash effluent*, **2005**
-  Estadística del agua en México 2003, CNA, p 40, **2003**
-  Farrington Daniels, *Uso Directo de la Energía Solar*, Herman Blume Ediciones.
-  Fuente: Estadísticas del Medio Ambiente México, INEGI, **1994**
-  Gerhartz Wolfgang, *Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Alemania, 5ª edición, Vol 2, **1988**
-  Garbassi Fabio, Morra Marco, Occhiello Ernesto, *Polymer surfaces from physics to technology*, Edit. John Wiley & Sons, **1994**
-  Hernández Muñoz Aurelio, *Depuración de aguas residuales*, Servicio de Publicaciones de la Escuela de ingenieros de Caminos de Madrid, España, **1990**
-  Jarvis Peter, Jefferson Bruce and Parsons Simon A., *Floc structural characteristics using conventional coagulation for a high doc, low alkalinity surface water source*, **2006**
-  L. A. Albert, López-Moreno J. F., *Diccionario de la contaminación*, 1ª edición, Centro de Ecología y Desarrollo (CECODES), México D. F., **1994**

-  Manero Octavio, Cardoso Judith, Orta Teresa, “Nuevo uso industrial de polímeros iónicos a base de compuestos N-óxido y métodos de obtención de los mismos”, UNAM.
-  M. Gilbert, *Introduction to Environmental Engineering and Science*, Prentice Hall, p 168, **2002**
-  M. Kirchof, Ryan M.A. (Eds), *Química Verde: Experimentos de Laboratorio para un Curso Universitario de Química*, American Chemical Society, Green Chemistry Institute, **2003**
-  Mason T. J., *Green Chemistry*, Chem. Soc. Rev., Vol. 26, p 443, **1997**
-  Maskew Farir Gordon y cols, Vol II, *Purificación de agua y tratamiento y remoción de aguas residuales*, Edit. Limusa, México, **1981**
-  Mc Murry John, *Química Orgánica*, International Thomson Editores, México, **2000**
-  Negro Carlos, Sánchez Luis M., Elena Fuente, Ángeles Blanco y Julio Tijero, *La poliacrilamida induce la floculación de una suspensión de cemento*, Wiley Interscience, **2005**
-  P. T. Anastas, Warner J. C., *Green Chemistry: Theory and Practice*, Oxford University Press, New York, **1998**
-  Purcell E. M., *Electricidad y magnetismo*, Barcelona, Editorial Reverté, 2ª ed., **1988**
-  Radoiu M. T., Hájek M., *J. Mol. Cat., A. Chemical*, 186, 121, **2002**
-  Regulo Montes Mario Antonio y Morales Mejía Julio César, *Evaluación del uso de un sistema SBR en el tratamiento biológico de uno de los afluentes contaminados del Lago de Guadalupe*, Cuautitlán Izcalli, México, **2004**
-  Rigola Lapeña Miguel, *Tratamiento de Aguas Industriales*, Alfaomega, p13-15, **2000**
-  Rodríguez Ferdinand, 2ª edición, *Principios de sistemas de polímeros*, Edit. El Manual moderno, México, **1987**
-  Romero Rojas Jairo Alberto, *Calidad del agua*, Edit. Alfaomega, México, **1999**
-  Rout T.K., Sengupta D.K., Kaur G. y Kumar Surender, Enhanced removal of dissolved metal ions in radioactive effluents by flocculation, **2006**
-  Silva Hernández Celestino, *Estudio de la cinética de terpolimerización de estireno, metacrilato de metilo y anhídrido maleico*, Cuautitlán Izcalli, México, **2004**

-  Tanaka K., Toda F., *Water and Green Chemistr*, Chem. Rev., Vol. 100, p 1025, **2000**
-  Tebbutt T. H., *Fundamentos de control de la calidad del agua*, Edit. Limusa, México, **1999**
-  *Temas Ambientales. Zona Metropolitana de la Ciudad de México*, UNAM et al, p 19, **1996**
-  Thornton Morrison Robert y Neilson Boyd Robert, *Química Orgánica*, Pearson Educación, México, **1998**
-  van der Leeden Frits y cols, *The Water Encyclopedia*, 2da ed., Lewis Publishers, USA, **1990**
-  Varma R. S., *Flocculation properties*, J. Green Chem., Vol. 43, **1999**
-  Wade L. G., *Química Orgánica*, Edit. Prentice Hall Hispanoamericana, México. **1993**
-  Weber Walter J., *Control de calidad de agua. Procesos fisicoquímicos*, Editorial Rever, España, **1979**
-  Sepideh Khoei, Fatemeh Sadeghi y Somayeh Zamani, *Journal of Photochemistry and Photobiology A*, Vol I, **2006**
-  Jieai Li, Xiulin Zhu, Jian Zhu y Zhenping Cheng, *Radiation Physics and Chemistry*, Vol 76, p 23-26, **2007**
-  M. Susana Cortizo, Sergio Laurella y José Luis Alessandrini, *Radiation Physics and Chemistry*, **2007**
-  Jieai Li, Xiulin Zhu, Jian Zhu and Zhenping Cheng, *Radiation Physics and Chemistry*, Vol 75, p 253-258, **2006**
-  <http://www.ugr.es/~quiorred/qverde/intro.htm>
-  <http://www.silvertech.com/microscale/>
-  <http://www.ugr.es/~quiorred/micro/ventajas.htm>
-  <http://www.uc.cl/quimica/agua/potabiliz.htm>
-  <http://www.acsmedioambiente.com/LoNuevo/mayo.htm>.Revistas
-  [http://www.virtual.unal.edu.co/cursos/sedes/manizales/4080004/contenido/Capitulo\\_8/Pages/Proceso\\_tratamiento\\_aguas\(b\)\\_continuacion.htm](http://www.virtual.unal.edu.co/cursos/sedes/manizales/4080004/contenido/Capitulo_8/Pages/Proceso_tratamiento_aguas(b)_continuacion.htm)
-  [www.inegi.gob](http://www.inegi.gob)
-  [www7.nationalacademies.org/spanishbeyonddiscovery/bio\\_007590-04.html](http://www7.nationalacademies.org/spanishbeyonddiscovery/bio_007590-04.html) -



[es.geocities.com/qo\\_10\\_rmn/ - 49k](http://es.geocities.com/qo_10_rmn/-49k)



[www.uned.es/dpto-quim-org-bio/pdf/RMN%20Parte1.pdf](http://www.uned.es/dpto-quim-org-bio/pdf/RMN%20Parte1.pdf)



[www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com)

## APÉNDICE

### 1. CÁLCULOS

Datos

Monómero DMAEM ( $C_8H_{15}NO_2$ )

P.M. = 152.22 g/mol

$\rho$  = 0.932 g/mL

1 L, 2000 ppm de MEHQ

Peróxido de benzoílo

P.M. = 243.23 g/mol

$Na_2SO_4$

P.M. = 142.04 g/mol

Hidróxido de sodio

P.M. = 40 g/mol

Peróxido de hidrógeno al 30%

P.M. = 34.01 g/mol

$\rho$  = 1.11 g/mL

Hidroquinona

P.M. = 110.11 g/mol

 Polimerización

Como ya se menciona anteriormente la base de cálculo fueron 2 gramos por lo tanto:



$$(2\text{ gmonómero})\left(\frac{1\text{ mLmonómero}}{0.932\text{ gmonómero}}\right)\left(\frac{1\text{ L}}{1000\text{ mL}}\right) = 0.0021\text{ Ldemonómero}$$

De la información contenida en la técnica se sabe que se utilizan 0.002 mol de AIBN por cada litro de monómero en este caso los datos son aplicables para el peróxido de benzoilo:

$$\begin{aligned} &0.002 \text{ mol de peroxido de benzoilo} - 1 \text{ L de monómero} \\ &\quad \times \quad \quad \quad - 0.0021 \text{ L de monómero} \\ &x = 0.0000042 \text{ mol de peróxido de benzoilo} \end{aligned}$$

$$(0.0000042\text{ molperoxidodebenzoilo})\left(\frac{243.23\text{ gperoxidodebenzoilo}}{1\text{ molperoxidodebenzoilo}}\right) = 0.00102\text{ gdeperoxidodebenzoilo}$$

Si existen 200 ppm de hidroquinona por cada litro de monómero:

$$(0.0021\text{ Lmonómero})\left(\frac{2000\text{ mghidroquinona}}{1\text{ Lmonómero}}\right)\left(\frac{1\text{ g}}{1000\text{ mg}}\right)\left(\frac{1\text{ molhidroquinona}}{110.11\text{ ghidroquinona}}\right) = 3.81 \times 10^{-5} \text{ moldehidroquinona}$$

Usando la relación:


$$\begin{aligned} &0.5 \text{ mol de hidroquinona} - 1 \text{ L de sulfato de sodio} \\ &3.81 \times 10^{-5} \text{ mol de hidroquinona} - \quad \quad \times \\ &x = 7.63 \times 10^{-5} \text{ mol de sulfato de sodio} \end{aligned}$$

$$(7.63 \times 10^{-5} \text{ molNa}_2\text{SO}_4)\left(\frac{142.04\text{ gsulfatodesodio}}{1\text{ molsulfatodesodio}}\right) = 0.0108\text{ gdesulfatodesodio}$$

Aplicando lo mismo para el hidróxido de sodio:

$$\begin{aligned} &0.5 \text{ mol de hidroquinona} - 1 \text{ L de hidróxido de sodio} \\ &3.81 \times 10^{-5} \text{ mol de hidroquinona} - \quad \quad \times \\ &x = 7.63 \times 10^{-5} \text{ mol de hidróxido de sodio} \end{aligned}$$

$$(7.63 \times 10^{-5} \text{ molNaOH})\left(\frac{40\text{ ghidróxidodesodio}}{1\text{ molhidróxidodesodio}}\right) = 0.00305\text{ gdehidróxidodesodio}$$

 Oxidación

De la literatura se sabe que se disuelven 30 g de polímero en 300 mL de ácido acético glacial y tomando como base 2 g de polímero:

$$\begin{aligned} 30 \text{ g de polímero} &- 300 \text{ mL de ácido acético glacial} \\ 2 \text{ g de polímero} &- \quad \quad \quad x \\ x &= 20 \text{ mL de de ácido acético glacial} \end{aligned}$$

Si se agregó peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ) al 30% en una relación molar 1:1 por unidad monomérica:

$$(2 \text{ g monómero}) \left( \frac{1 \text{ mol monómero}}{157.22 \text{ g monómero}} \right) \left( \frac{30 \text{ mL } H_2O_2}{100 \text{ mL solución}} \right) \left( \frac{1 \text{ mL solución}}{1.11 \text{ g } H_2O_2} \right) \left( \frac{34.01 \text{ g } H_2O_2}{1 \text{ mol } H_2O_2} \right) = 0.117 \text{ mL de } H_2O_2$$

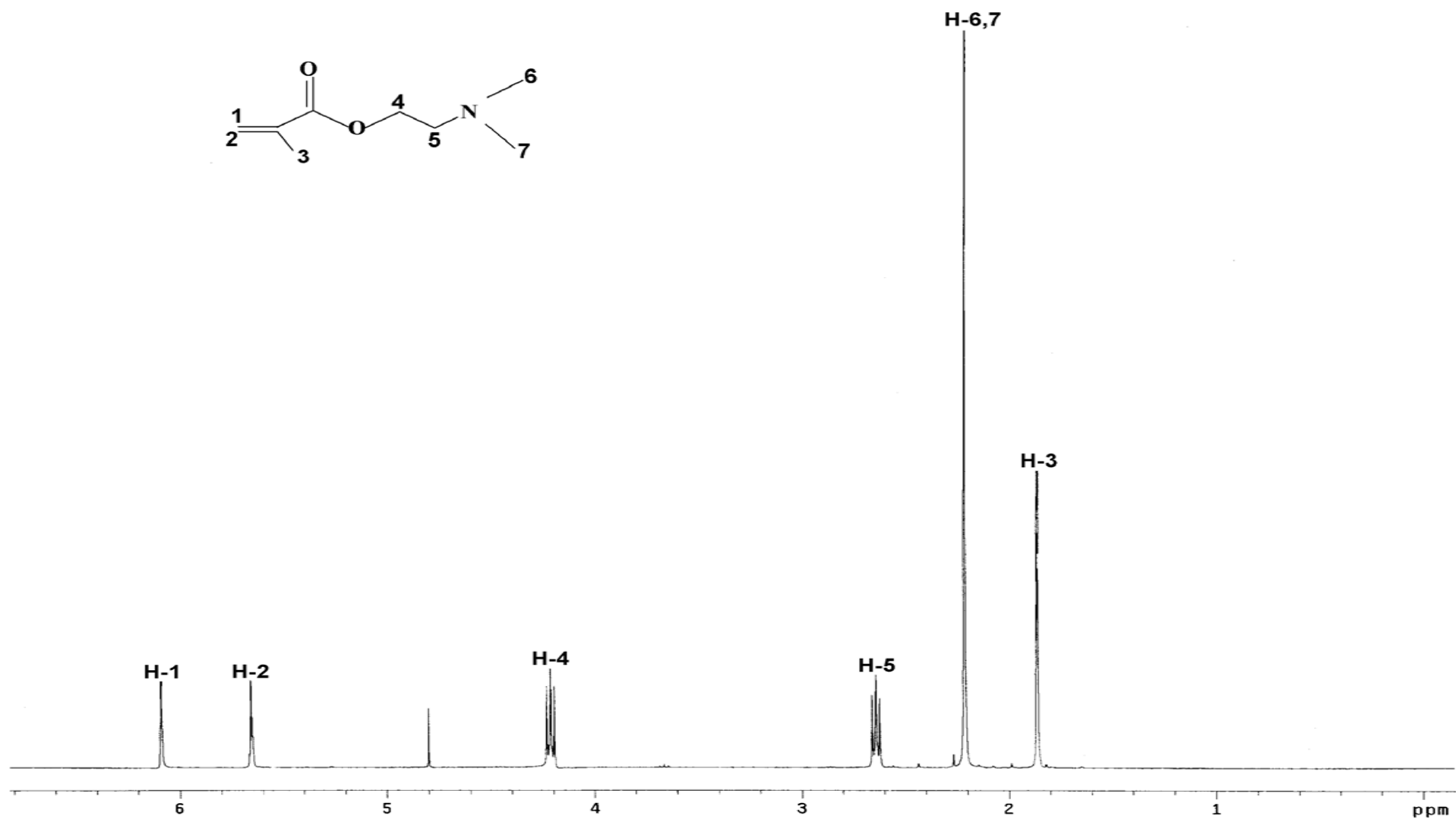
Para el 30% de exceso:

$$\begin{aligned} 0.15 \text{ mL de peróxido de hidrógeno} &- 100\% \\ X & \quad \quad \quad - 30\% \\ X &= 0.045 \text{ mL de peróxido de hidrógeno} \end{aligned}$$

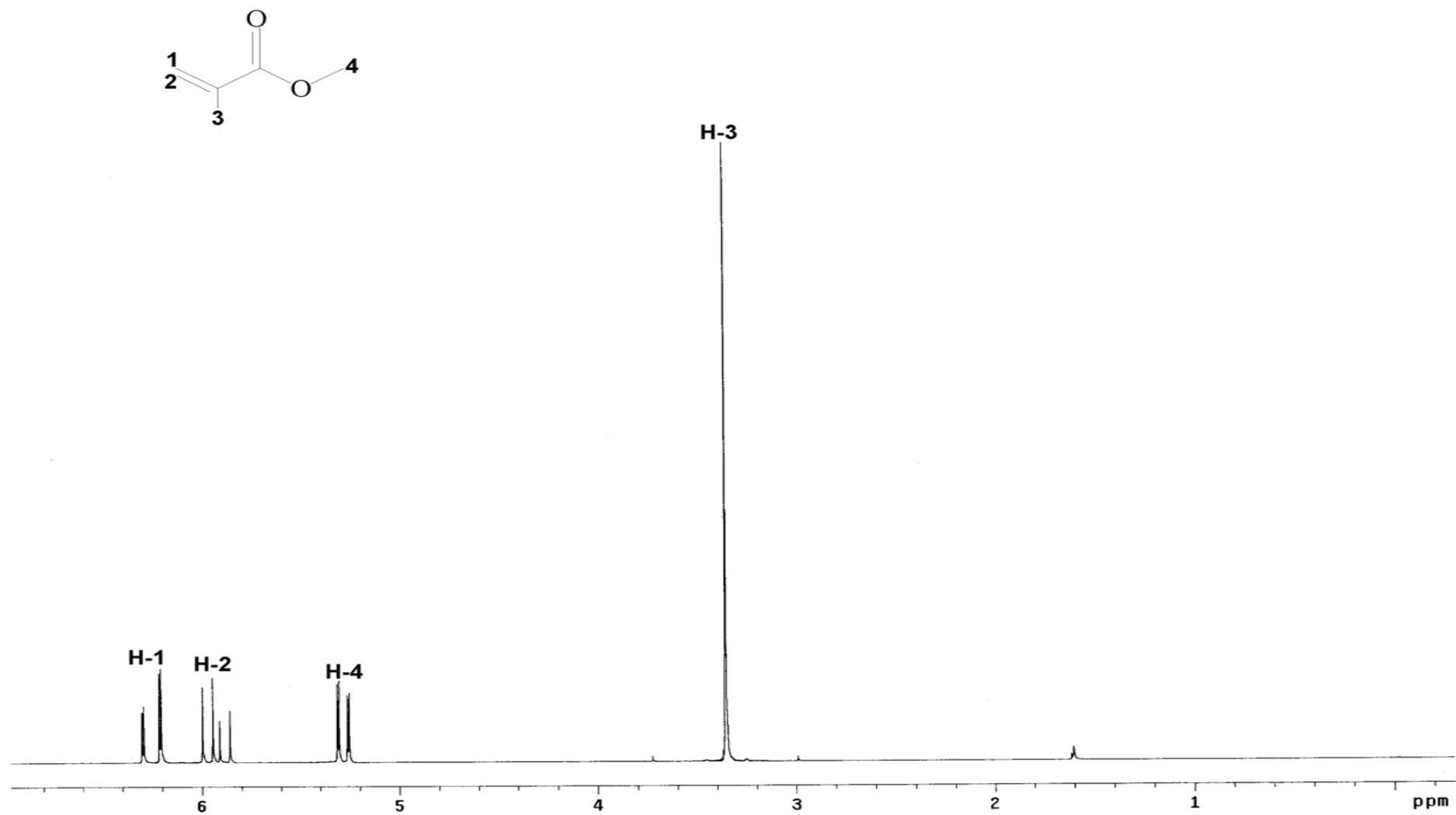
Por último para preparar la solución 0.1 M de hidróxido de sodio ( $NaOH$ )

$$\left( \frac{0.1 \text{ mol } NaOH}{1 \text{ L solución}} \right) \left( \frac{40 \text{ g } NaOH}{1 \text{ mol } NaOH} \right) \left( \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} \right) (50 \text{ mL solución}) = 0.2 \text{ g de } NaOH$$

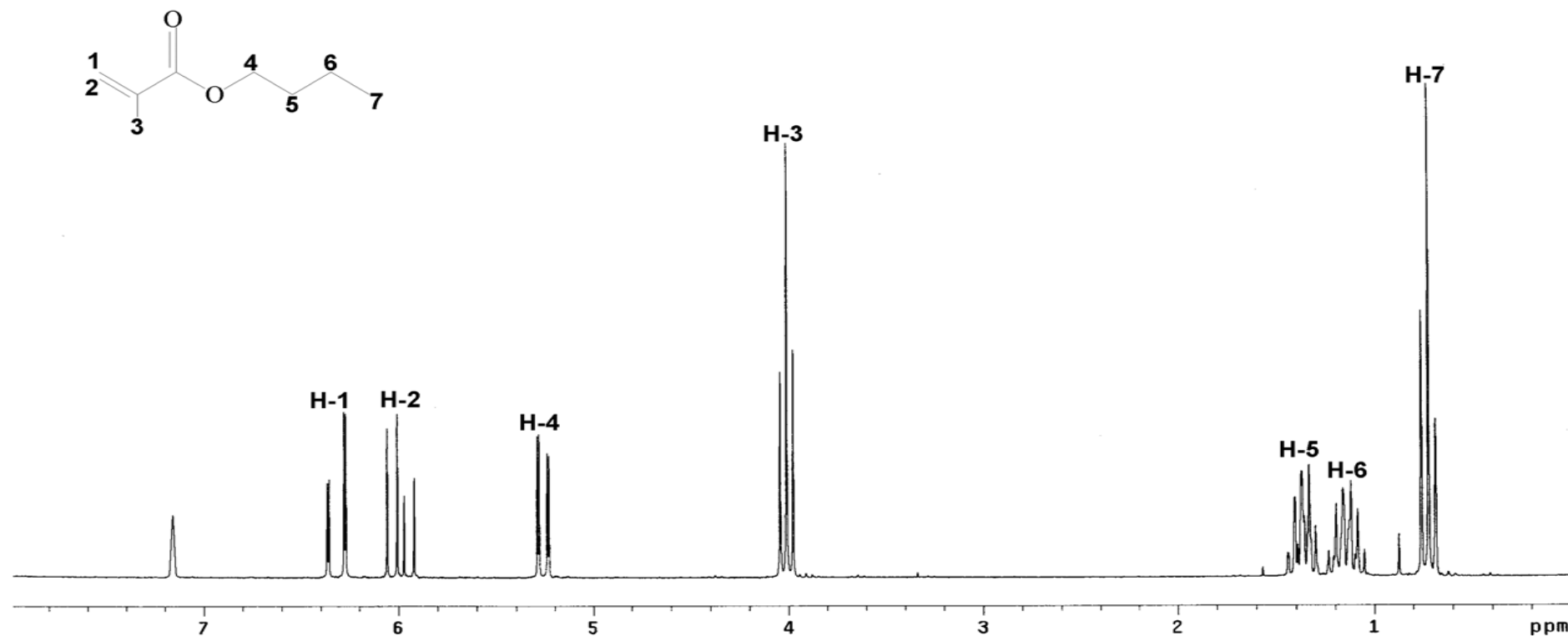
2. ESPECTROS



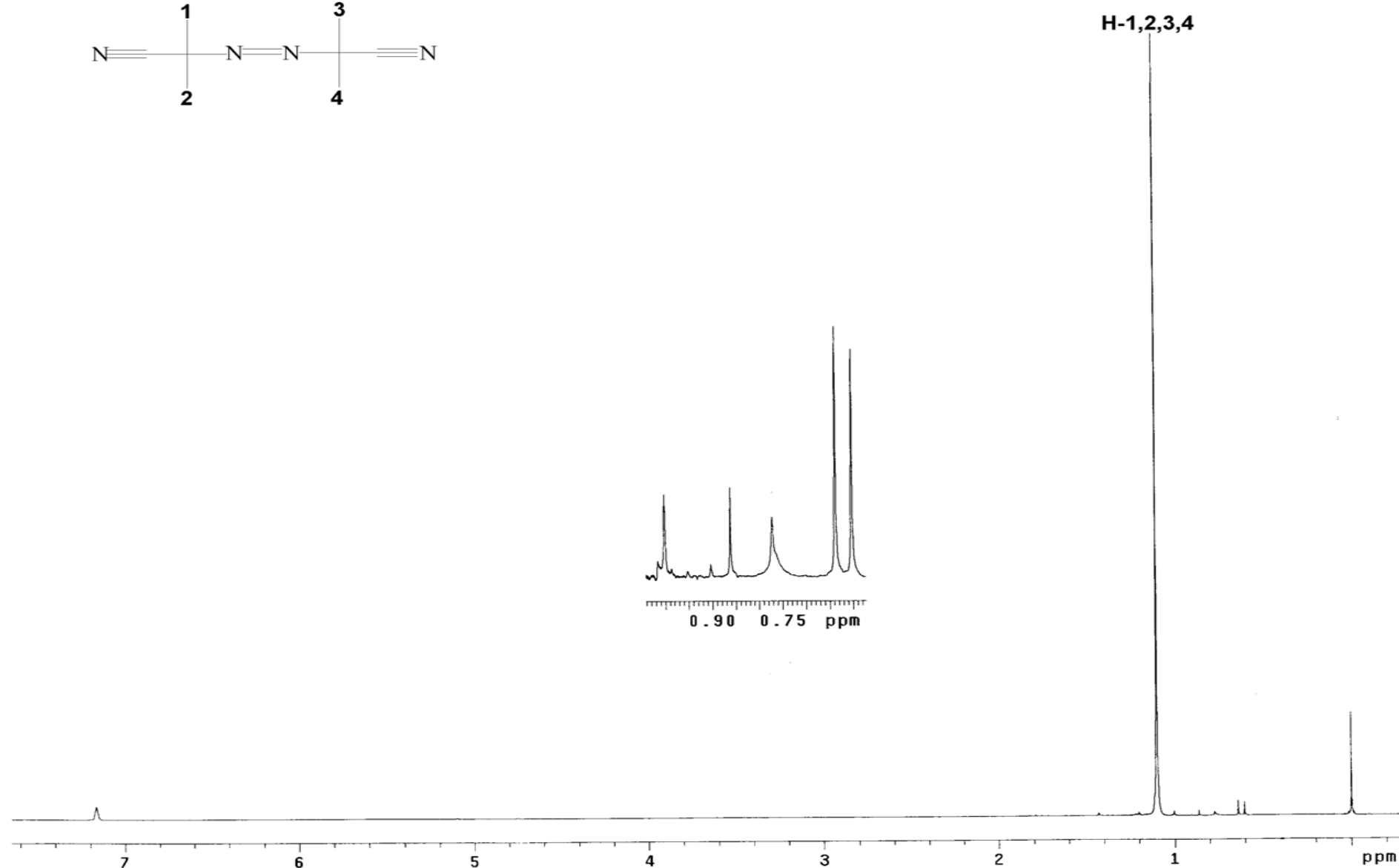
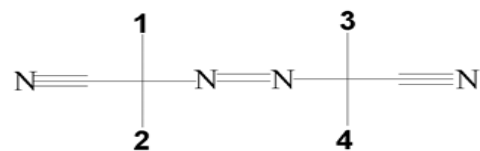
Espectro A. RMN <sup>1</sup>H (H<sub>2</sub>O/TMS) del compuesto DMAEM, determinado a 300 MHz



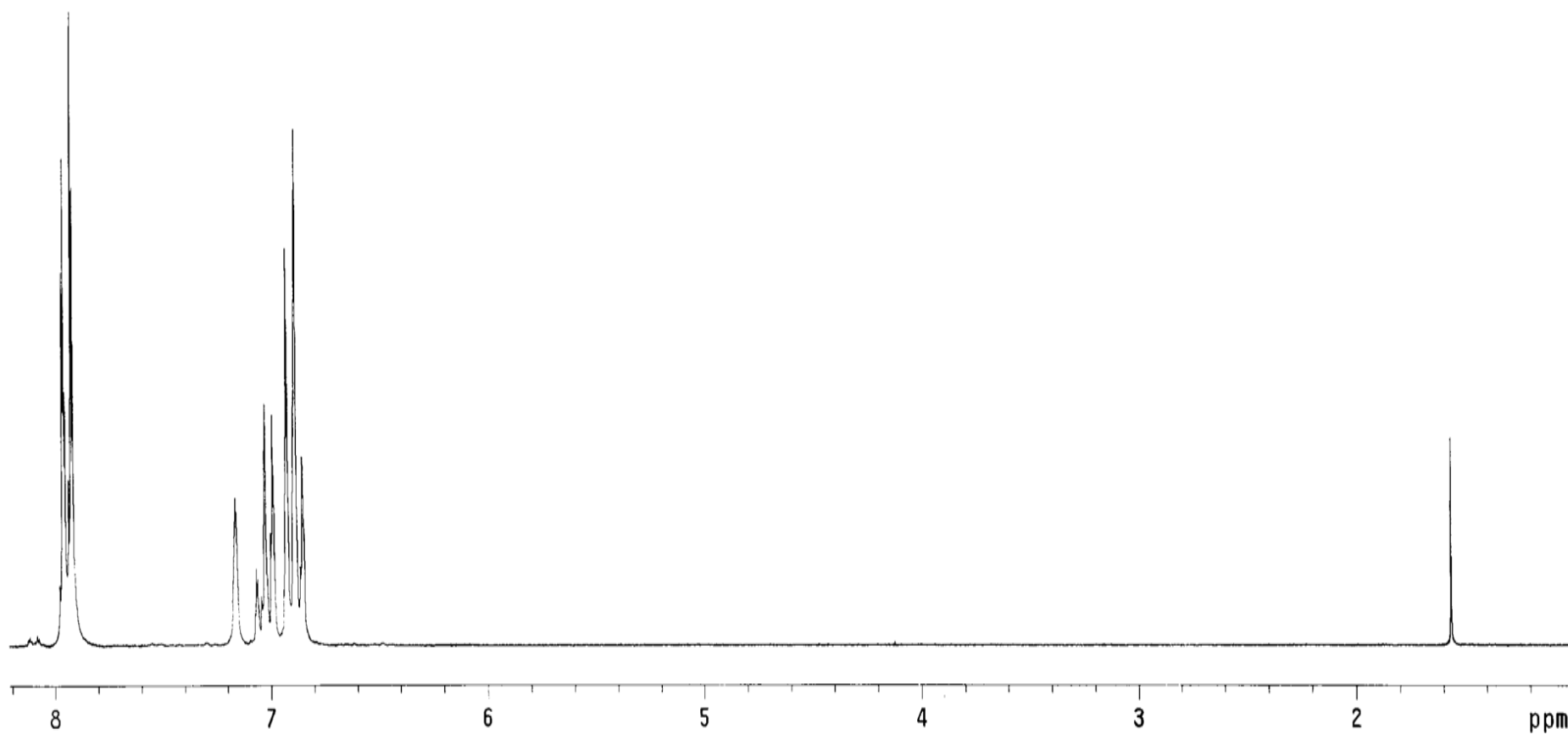
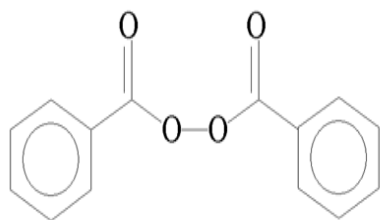
Espectro B. RMN <sup>1</sup>H (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/TMS) del compuesto MMA, determinado a 300 MHz



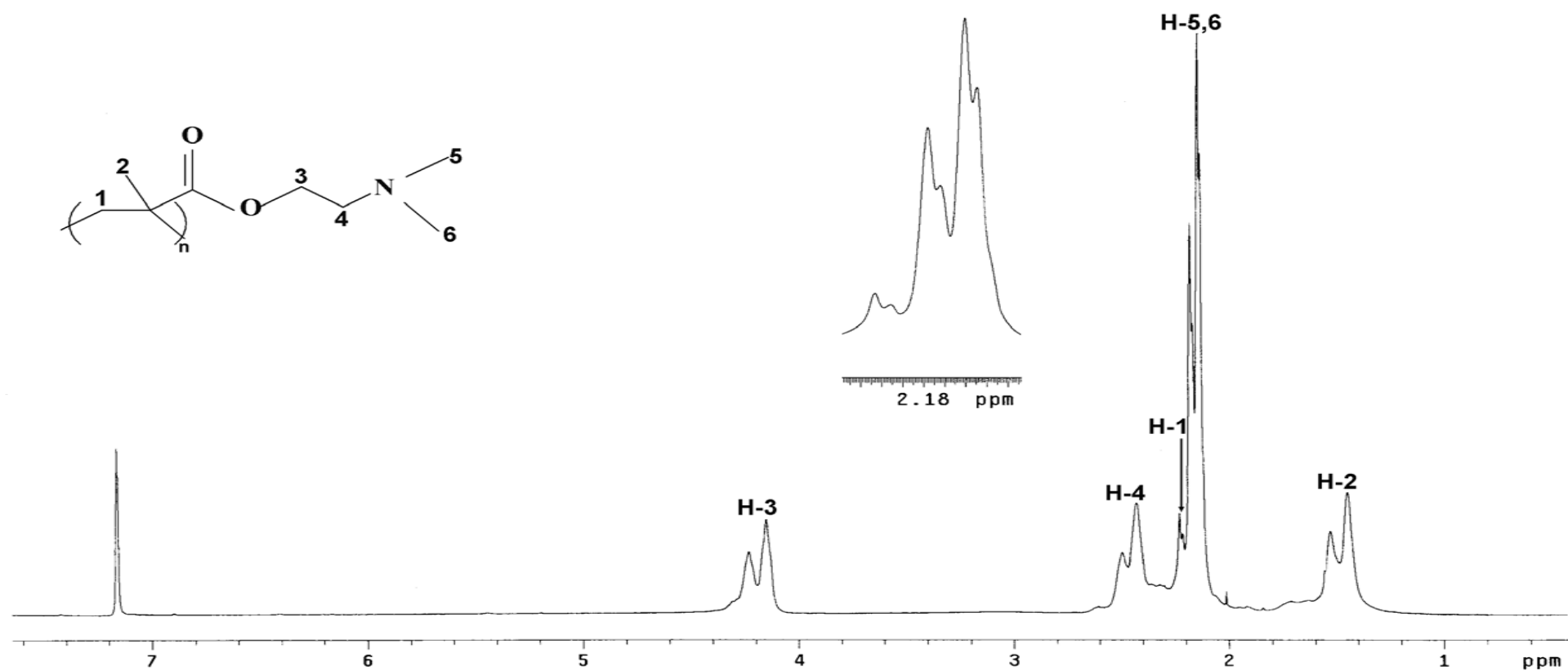
Espectro C. RMN <sup>1</sup>H (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/TMS) del compuesto BA, determinado a 300 MHz



Espectro D. RMN  $^1\text{H}$  ( $\text{C}_6\text{H}_6/\text{TMS}$ ) del compuesto AIBN, determinado a 300 MHz

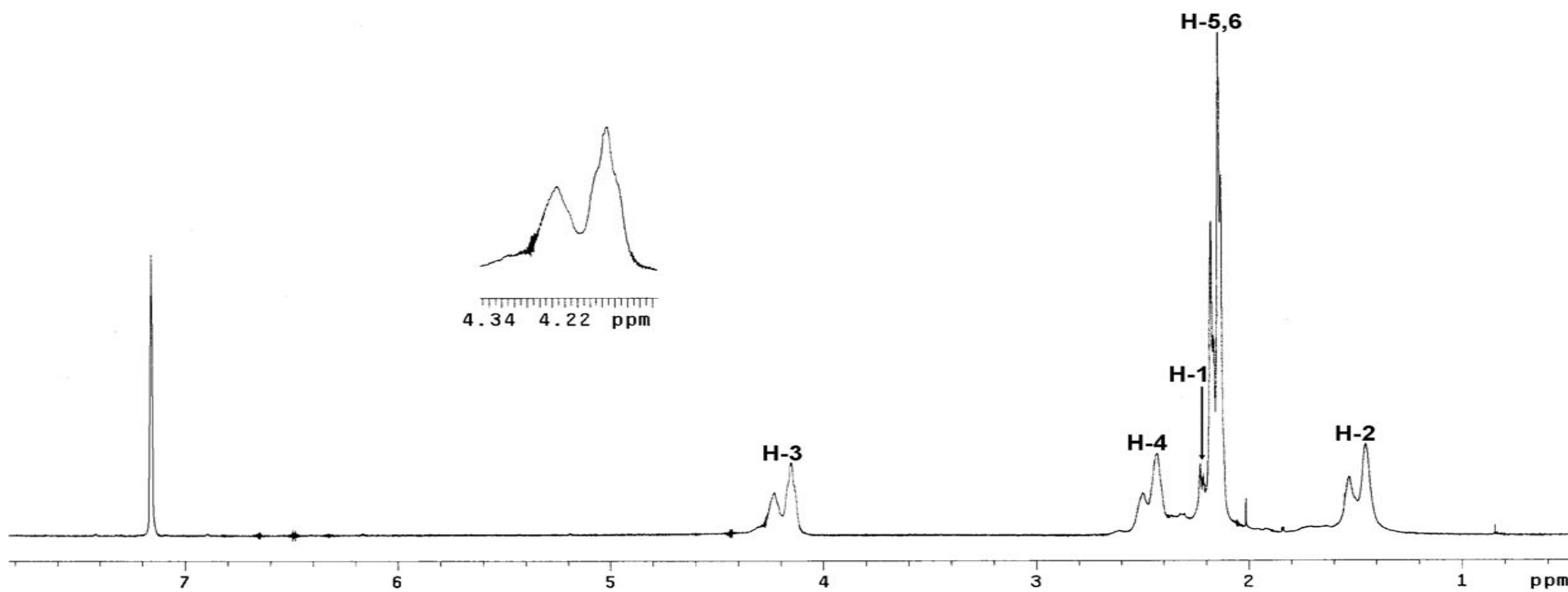
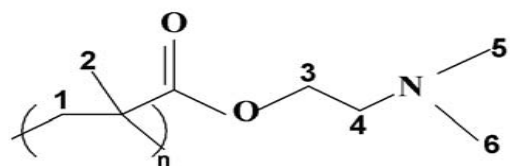


Espectro E. RMN <sup>1</sup>H (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/TMS) del compuesto BPO, determinado a 300 MHz

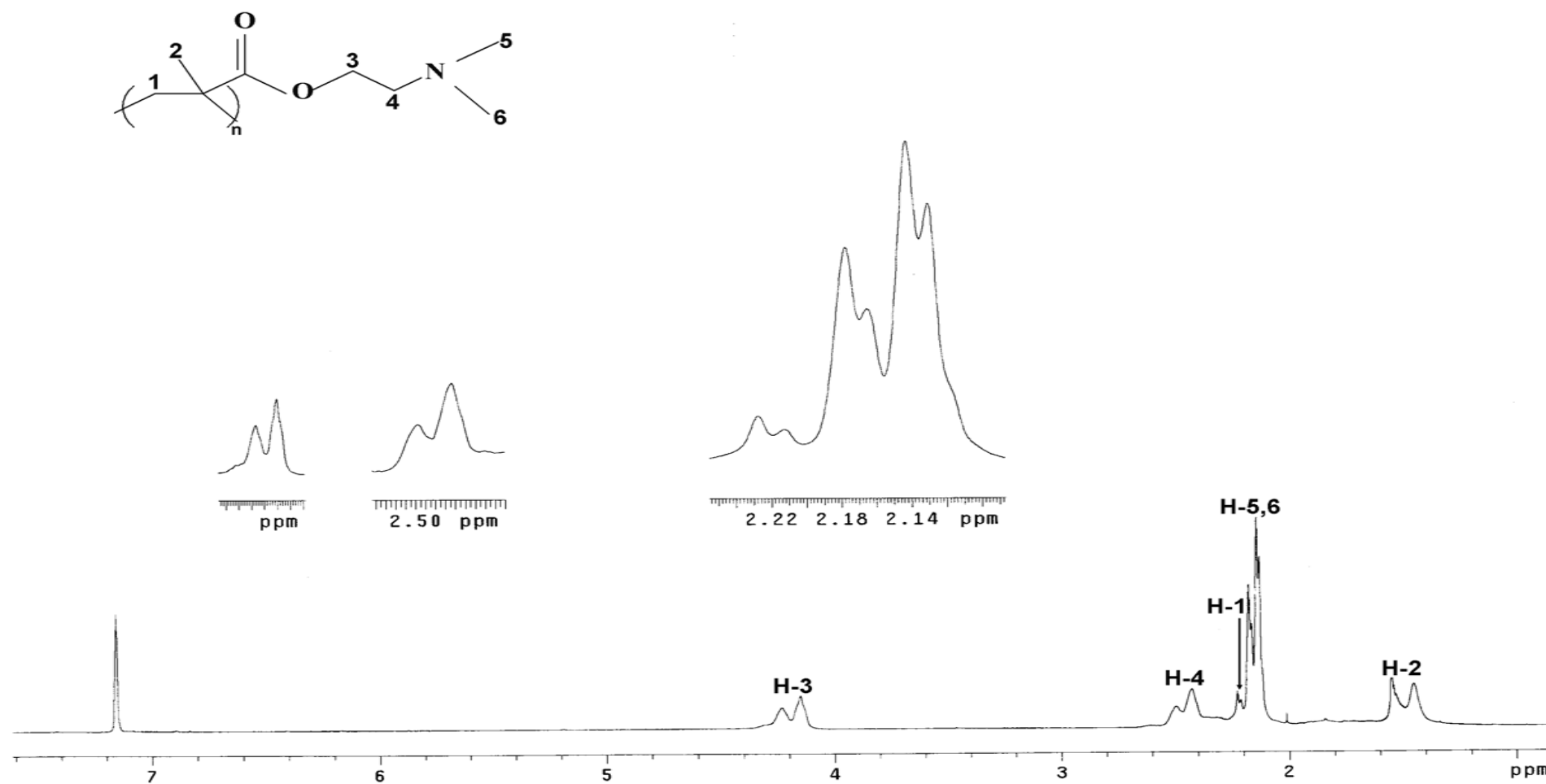


Espectro F. RMN <sup>1</sup>H (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/TMS) del compuesto DMAEM, determinado a 300 MHz

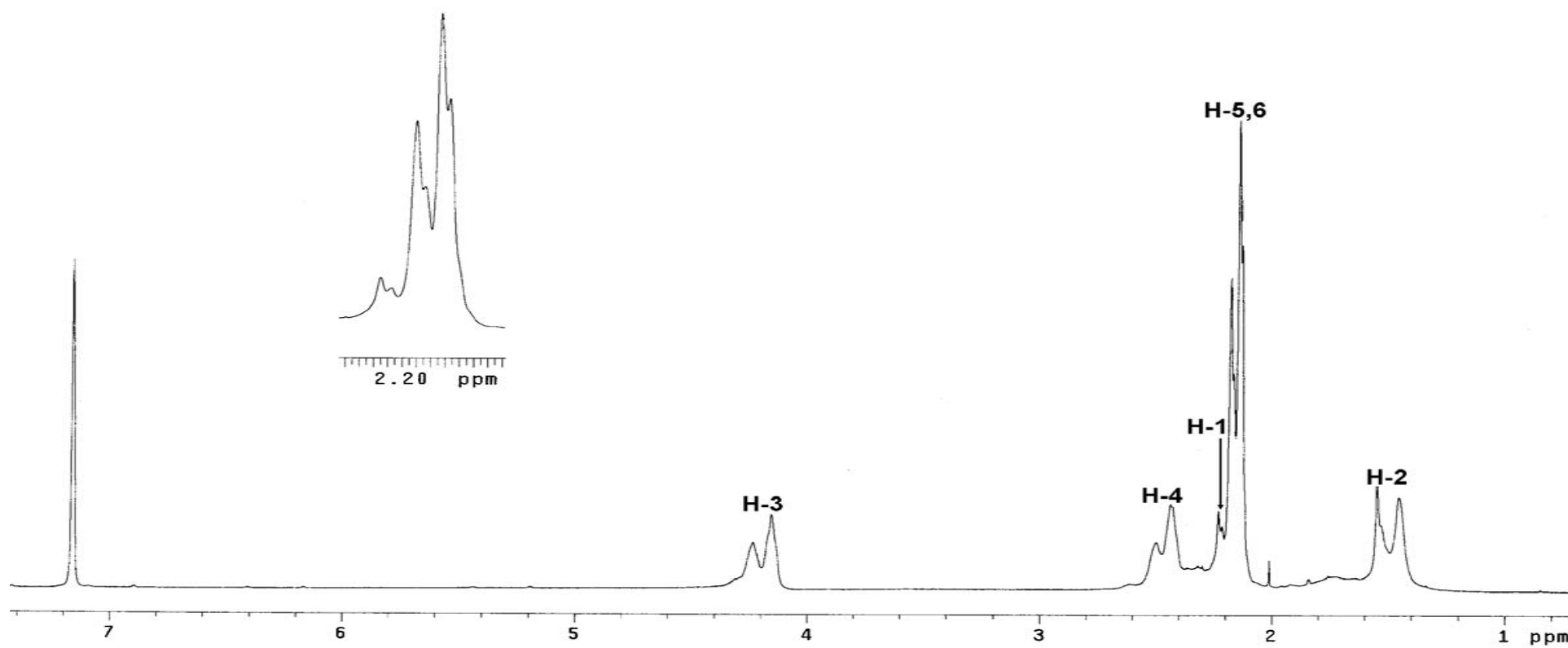
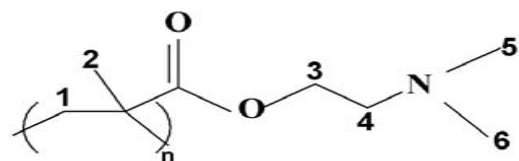




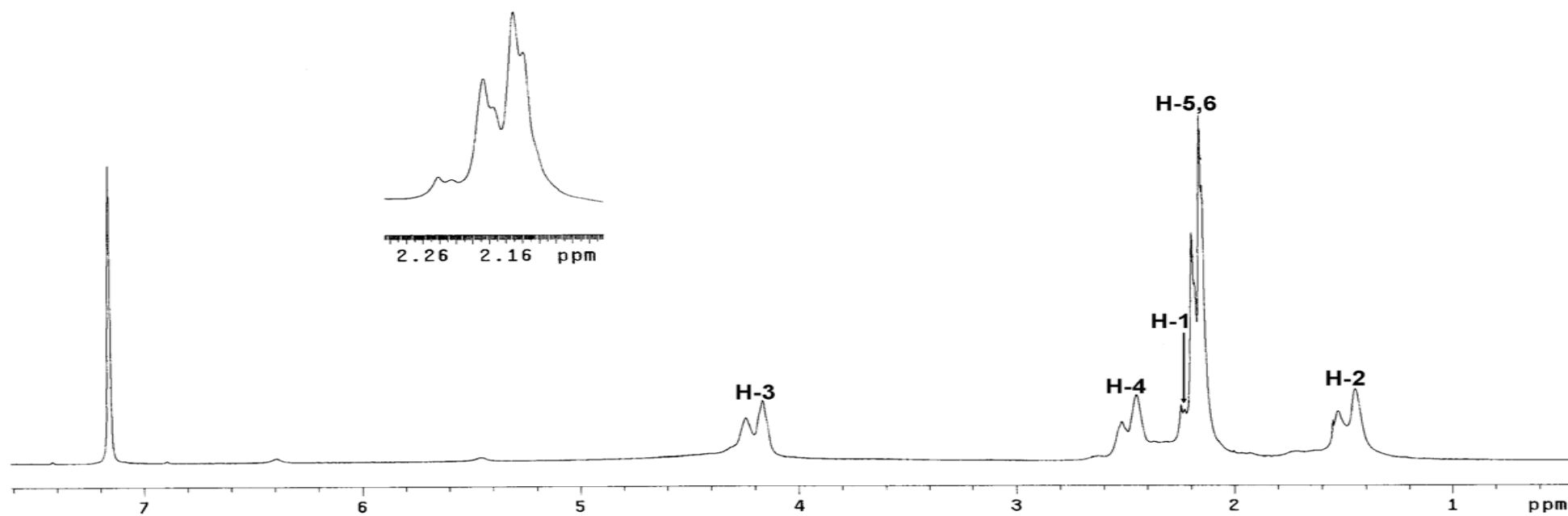
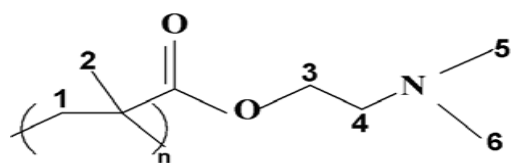
Espectro G. RMN  $^1\text{H}$  ( $\text{C}_6\text{H}_6/\text{TMS}$ ) del compuesto PDMAEM, determinado a 300 MHz



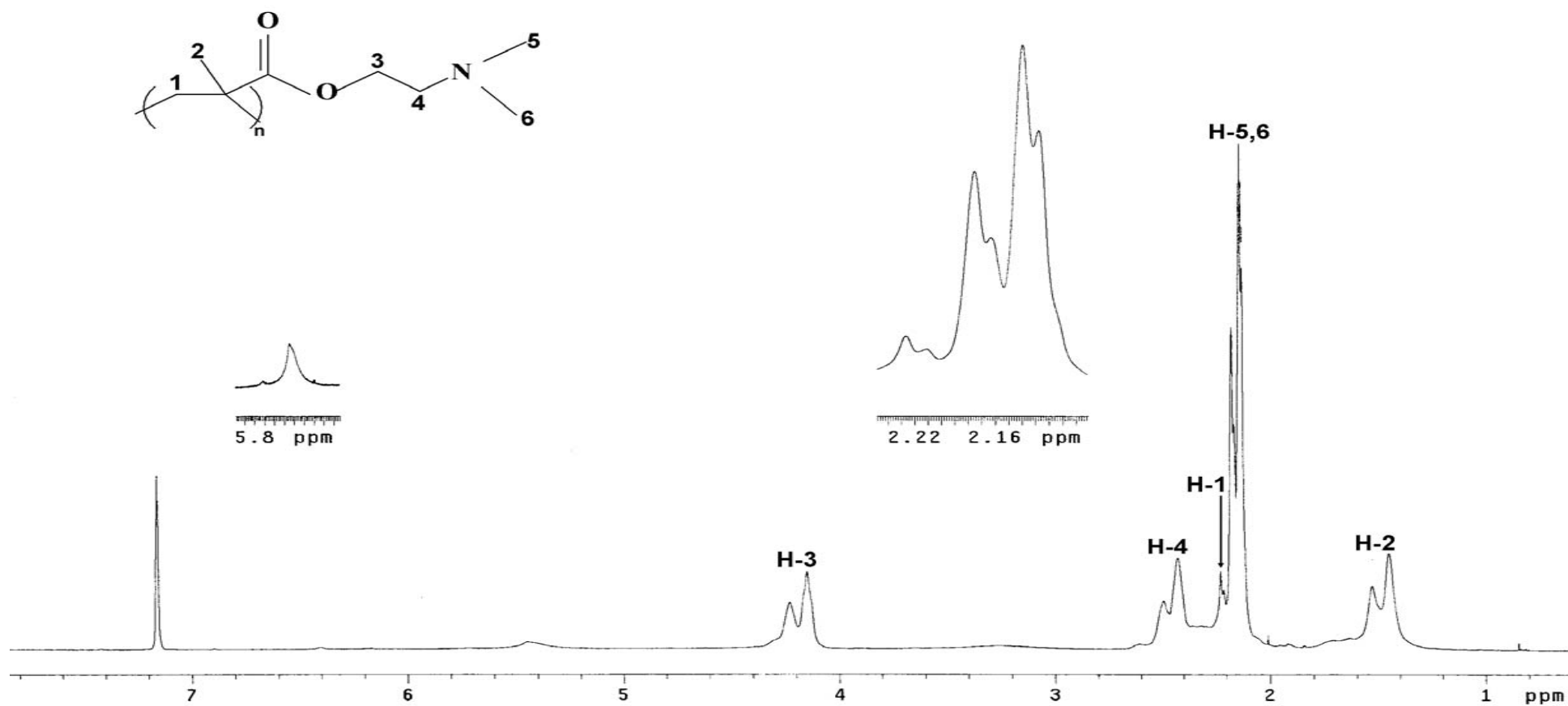
Espectro H. RMN <sup>1</sup>H (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/TMS) del compuesto PDMAEM determinado a 300 MHz



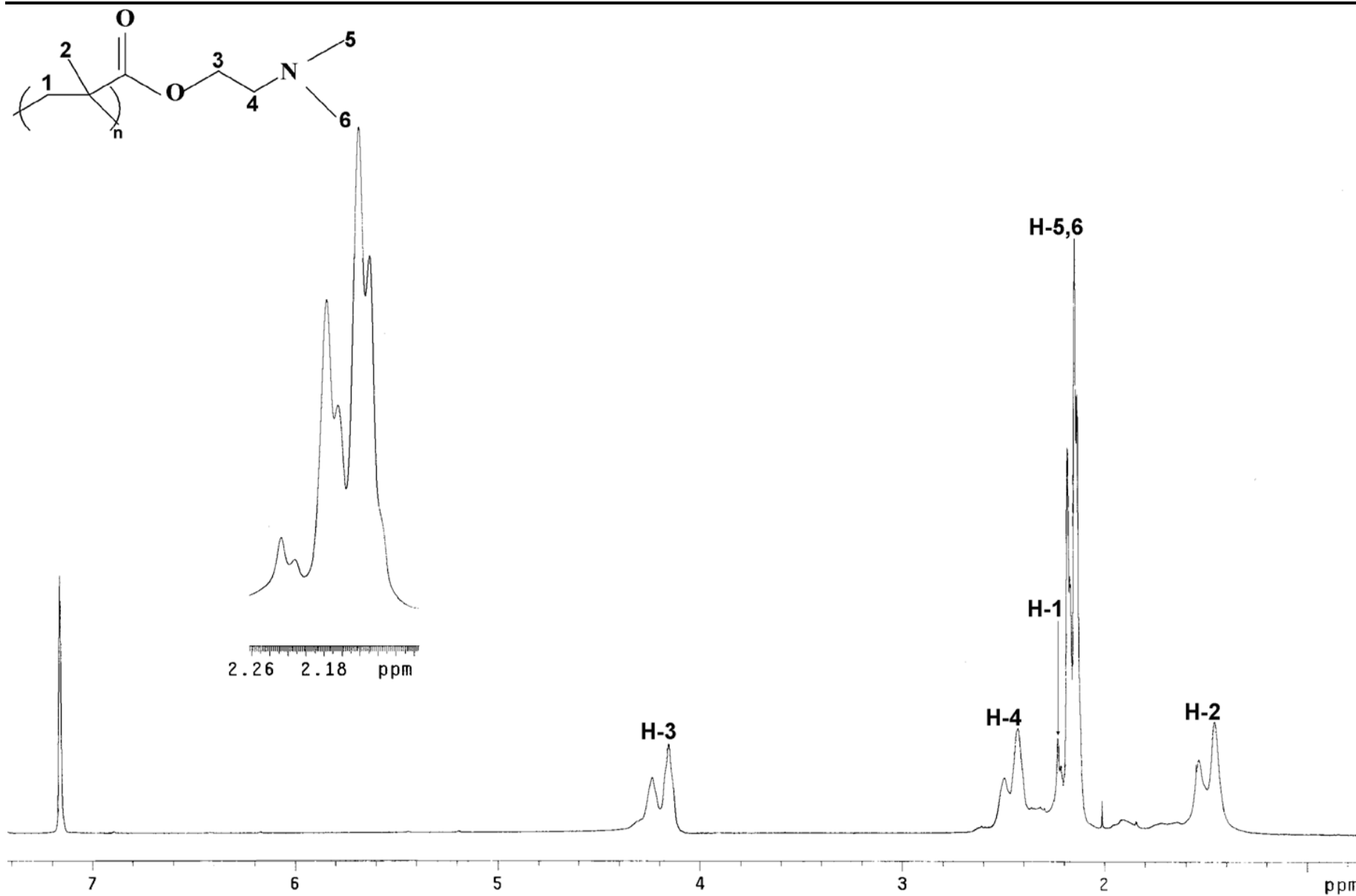
Espectro I. RMN  $^1\text{H}$  ( $\text{C}_6\text{H}_6/\text{TMS}$ ) del compuesto PDMAEM, determinado a 300 MHz



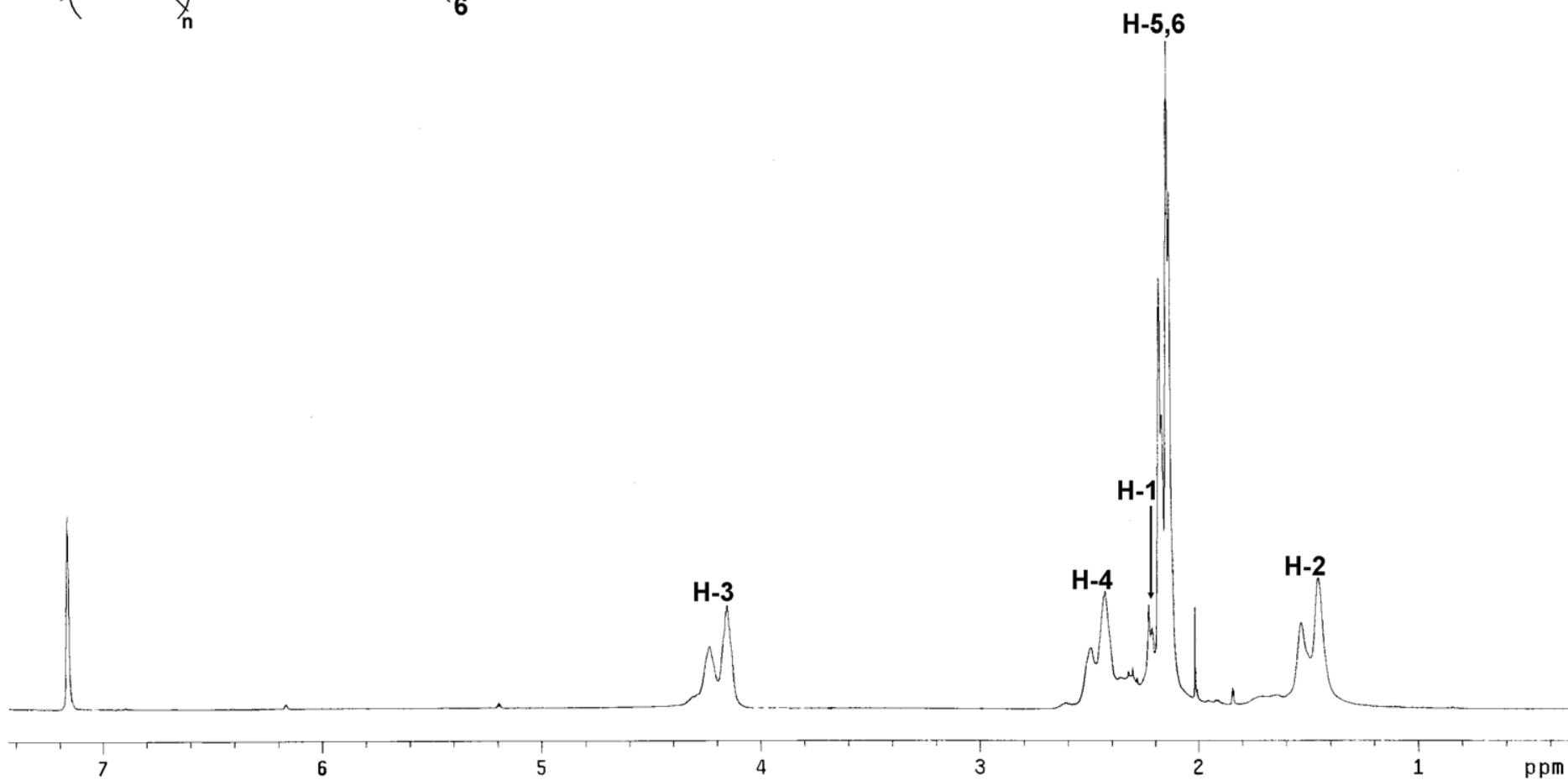
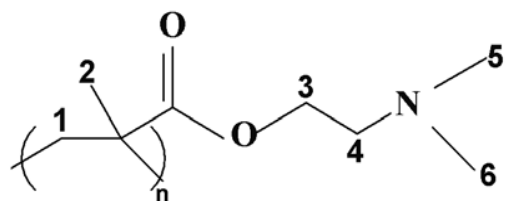
Espectro K. RMN  $^1\text{H}$  ( $\text{C}_6\text{H}_6/\text{TMS}$ ) del compuesto PDMAEM, determinado a 300 MHz



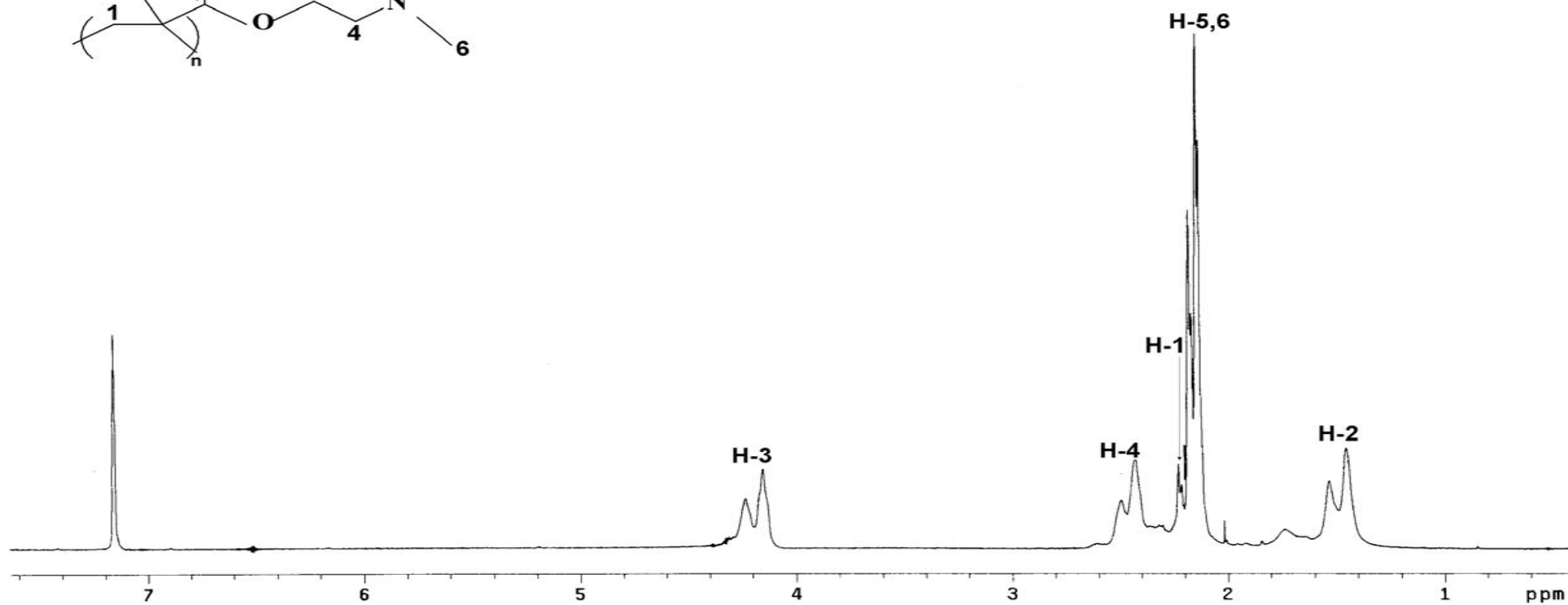
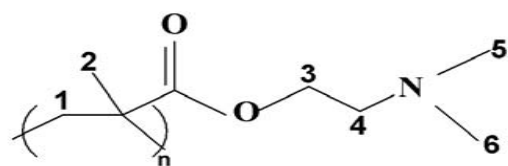
Espectro K. RMN <sup>1</sup>H (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/TMS) del compuesto PDMAEM, determinado a 300 MHz



Espectro L. RMN <sup>1</sup>H (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/TMS) del compuesto PDMAEM, determinado a 300 MHz

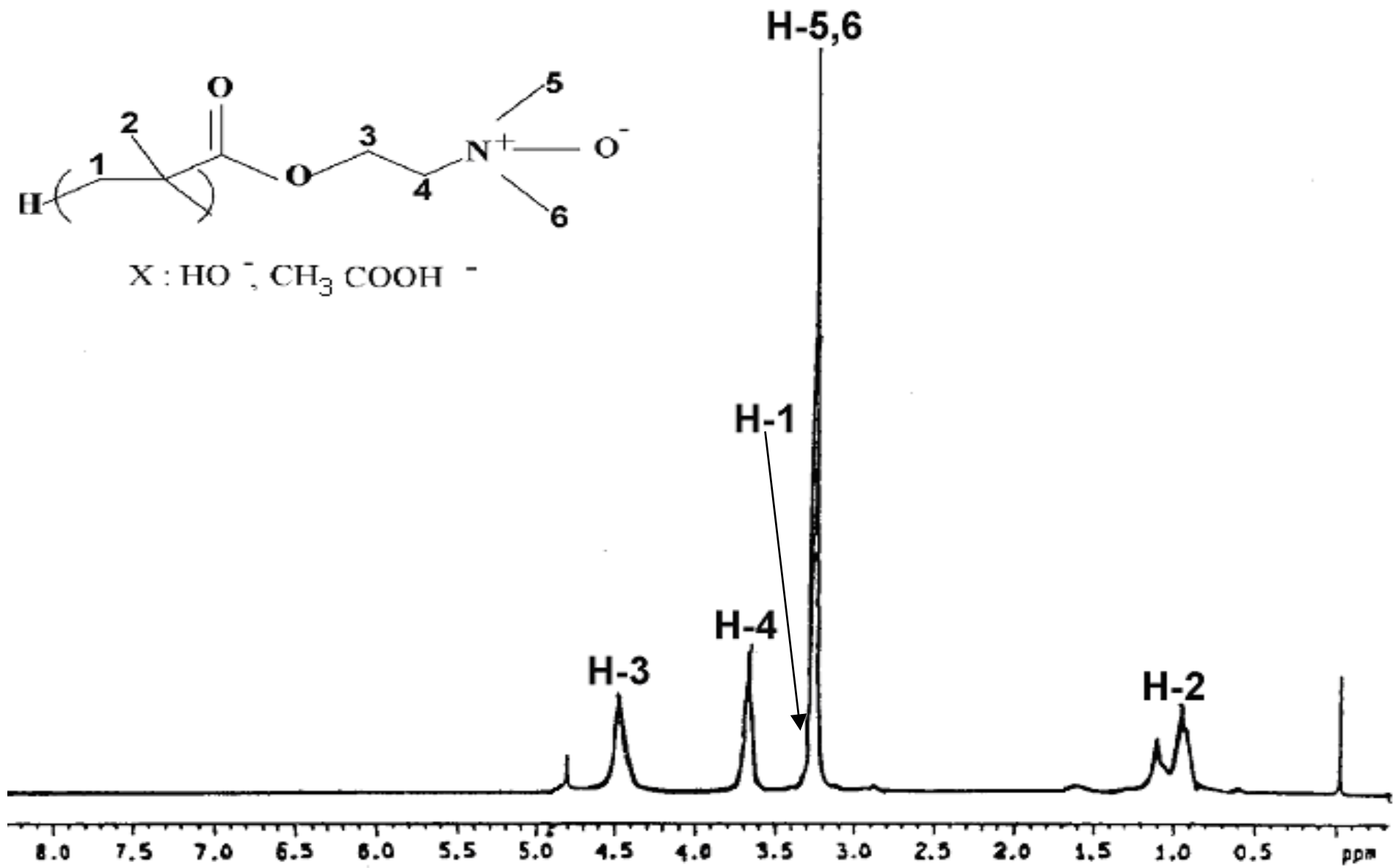


Espectro M. RMN <sup>1</sup>H (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/TMS) del compuesto PDMAEM, determinado a 300 MHz



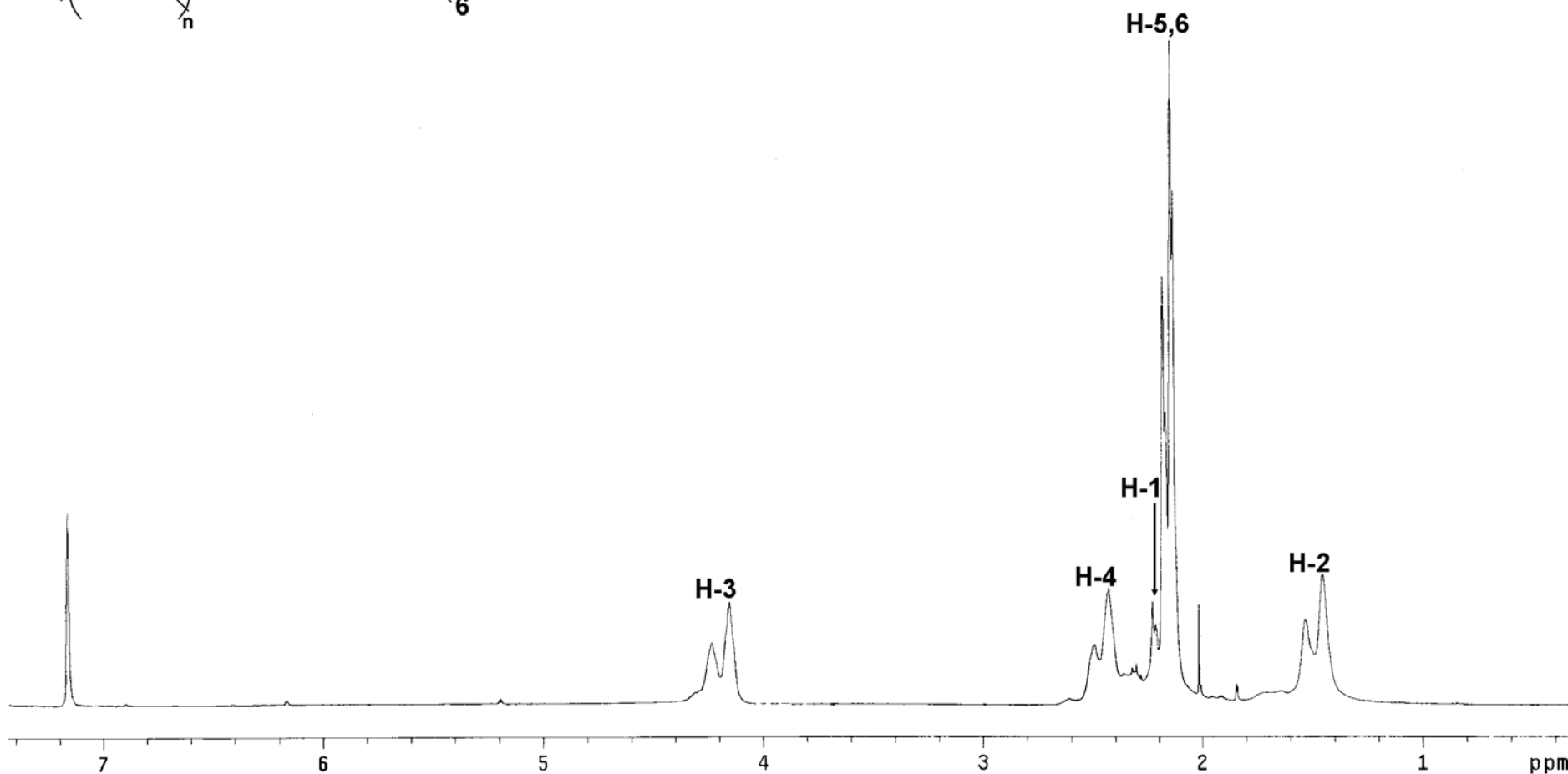
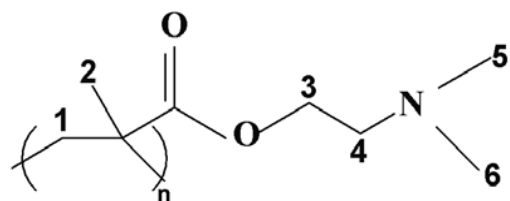
Espectro N. RMN  $^1\text{H}$  ( $\text{C}_6\text{H}_6/\text{TMS}$ ) del compuesto PDMAEM, determinado a 300 MHz



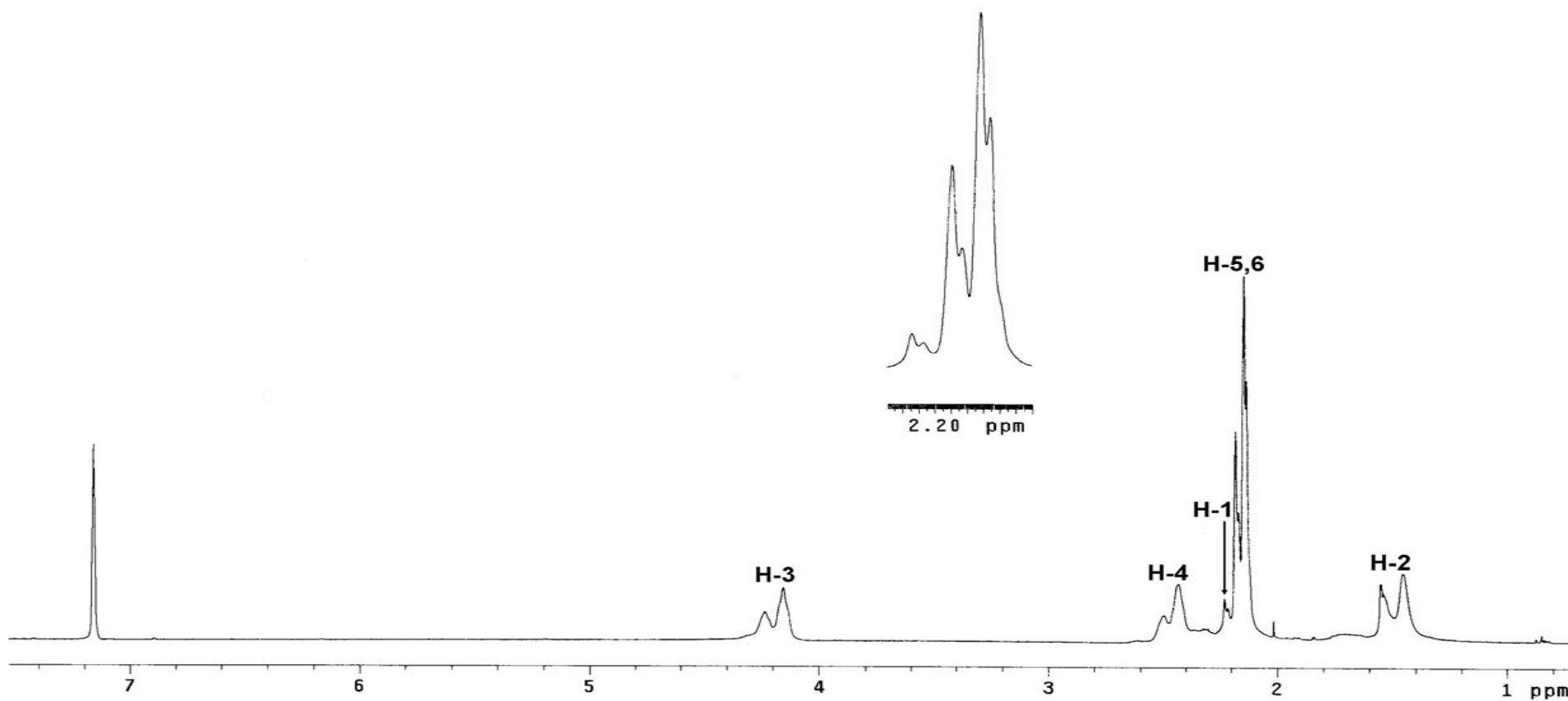
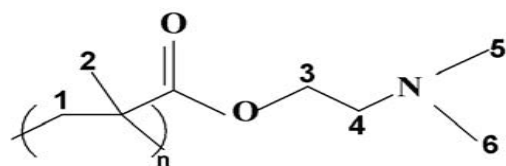


X : HO<sup>-</sup>, CH<sub>3</sub>COOH<sup>-</sup>

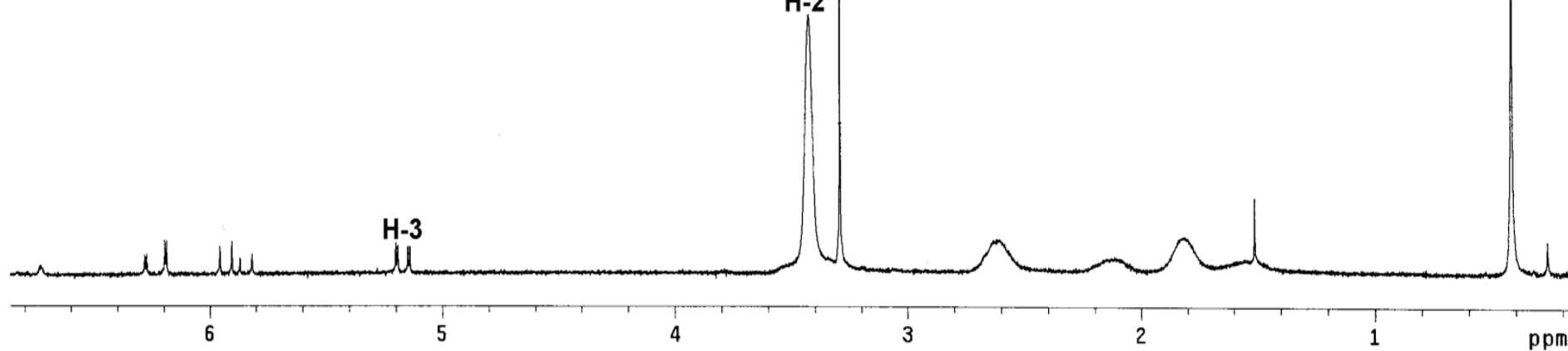
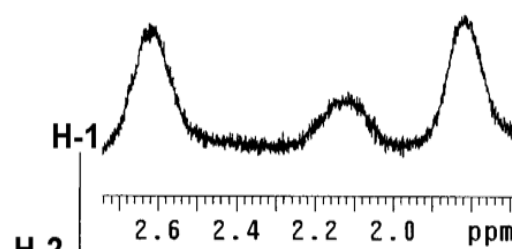
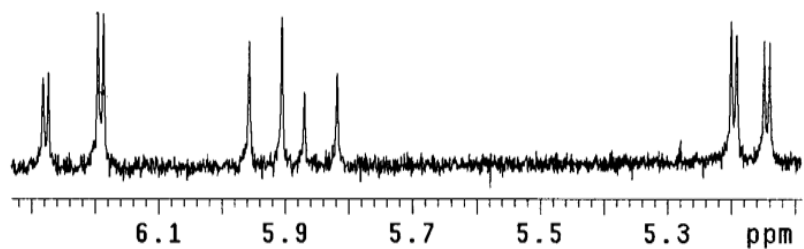
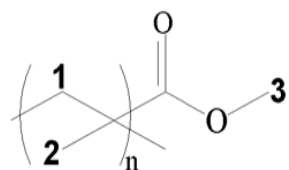
Espectro O. RMN  $^1\text{H}$  (H<sub>2</sub>D<sub>2</sub>) del compuesto oxido-PDMAEM, determinado a 300 MHz



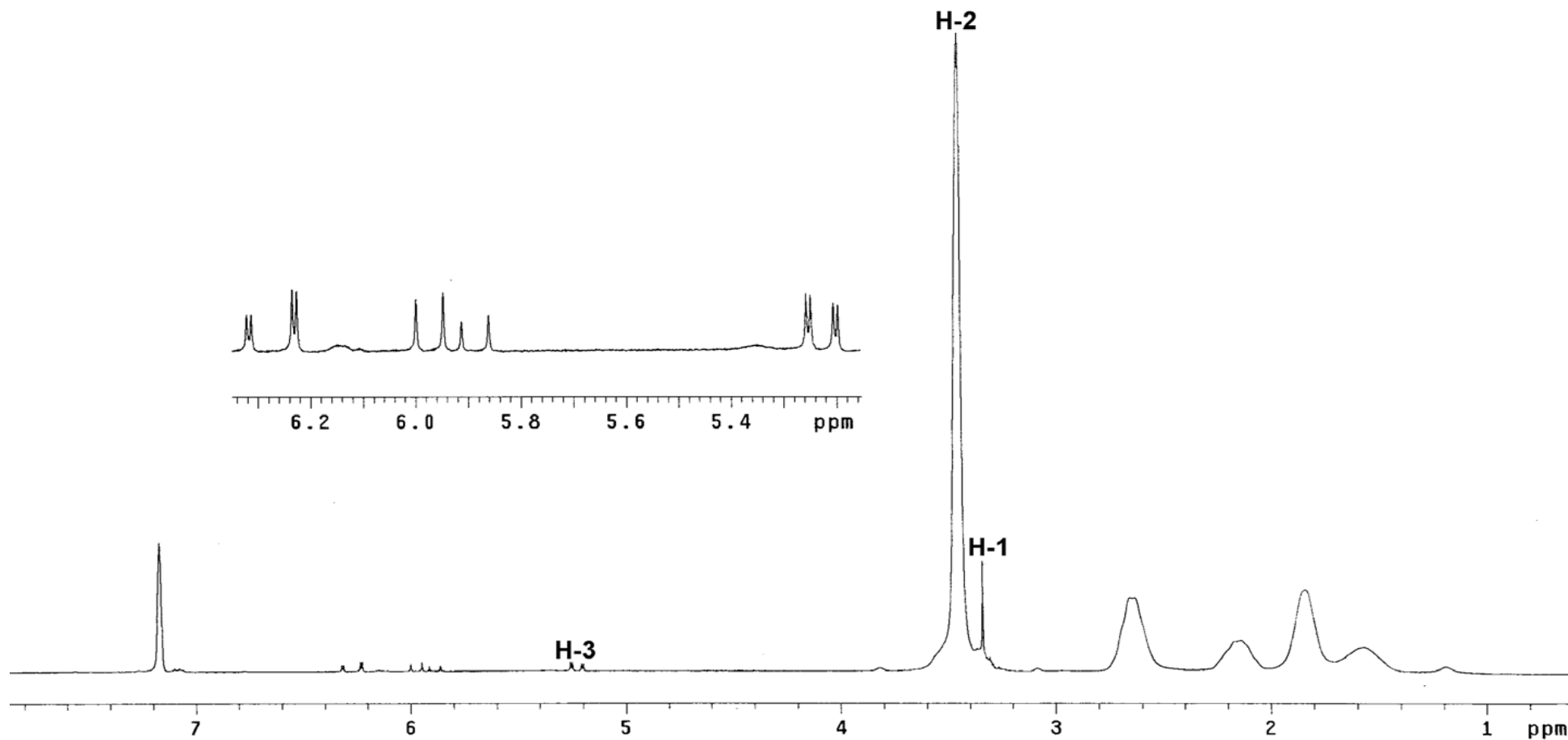
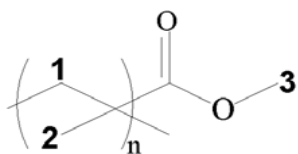
Espectro P. RMN  $^1\text{H}$  ( $\text{C}_6\text{H}_6/\text{TMS}$ ) del compuesto PDMAEM, determinado a 300 MHz



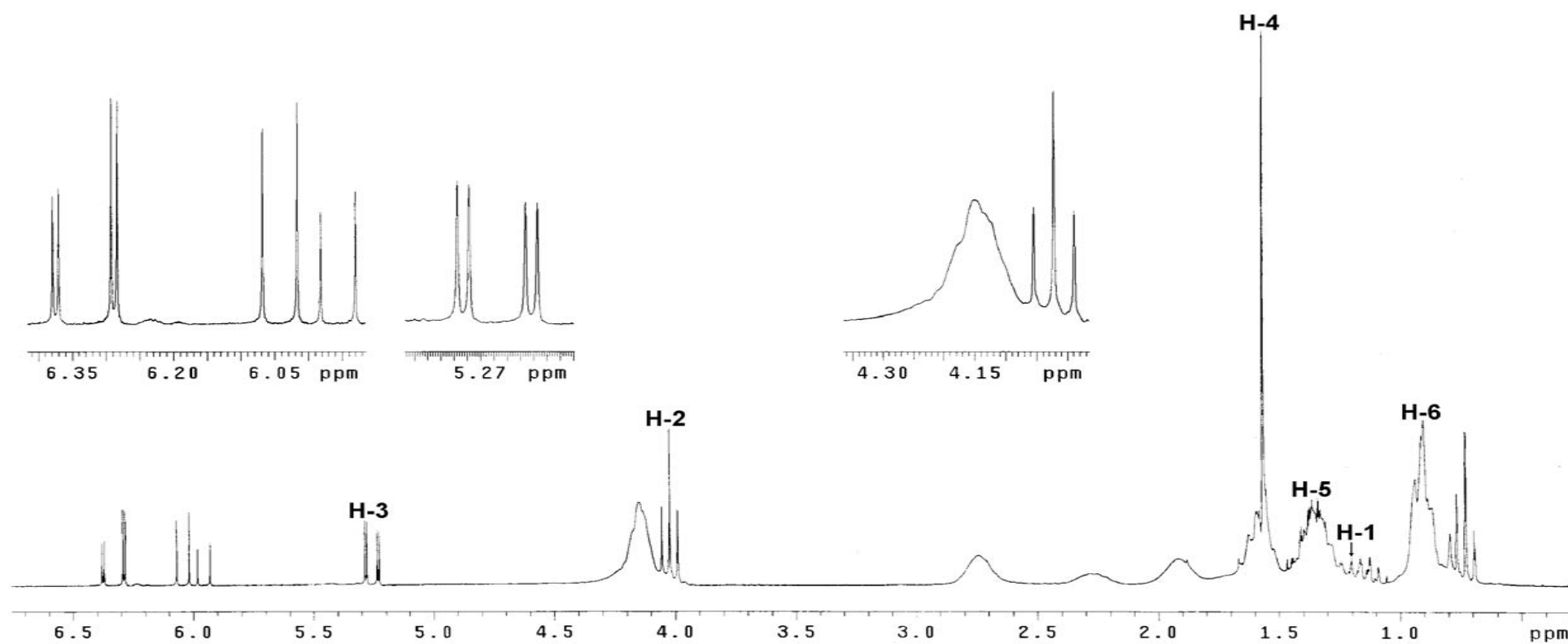
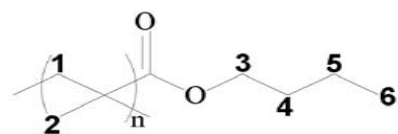
Espectro Q. RMN  $^1\text{H}$  ( $\text{C}_6\text{H}_6/\text{TMS}$ ) del compuesto PDMAEM, determinado a 300 MHz



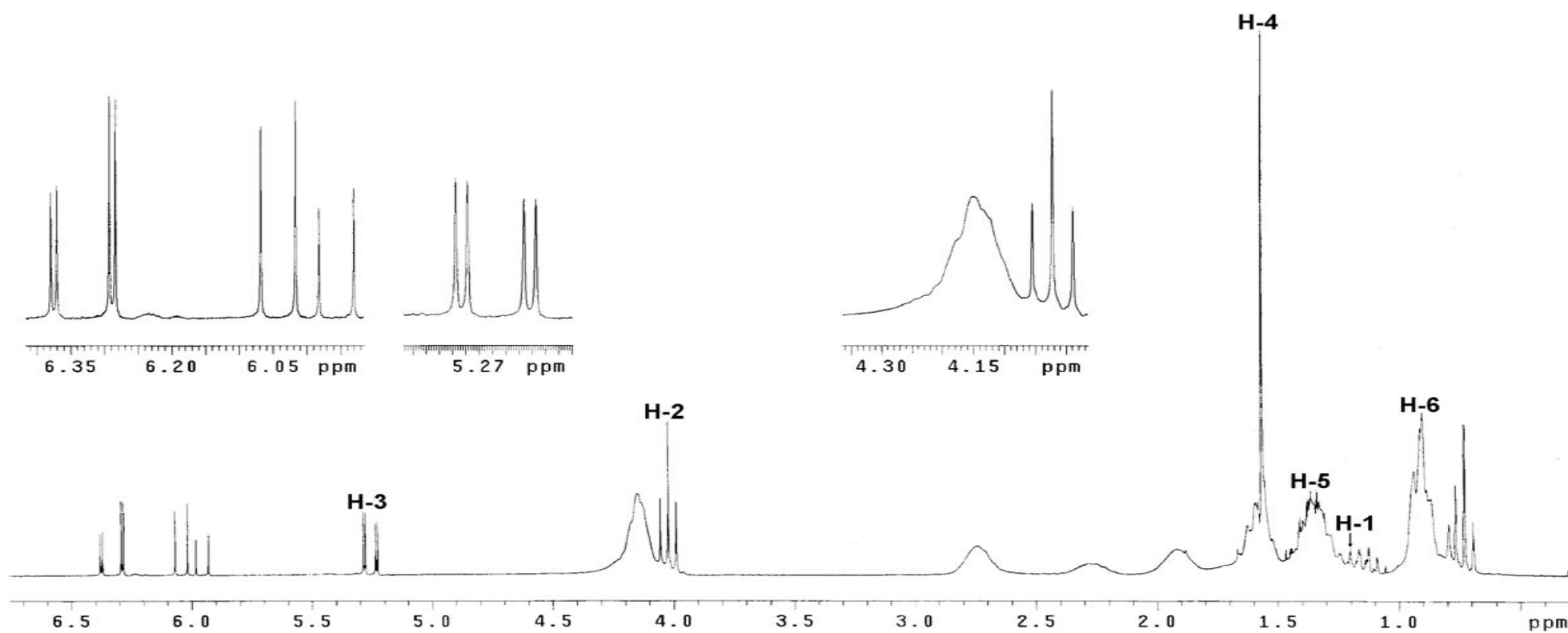
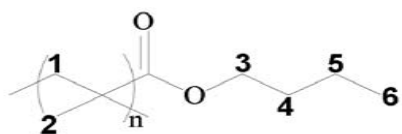
Espectro R. RMN <sup>1</sup>H (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/TMS) del compuesto PMMA, determinado a 300 MHz



Espectro S. RMN <sup>1</sup>H (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/TMS) del compuesto PMMA, determinado a 300 MHz



Espectro T. RMN  $^1\text{H}$  ( $\text{C}_6\text{H}_6/\text{TMS}$ ) del compuesto PBA, determinado a 300 MHz



Espectro U. RMN  $^1\text{H}$  ( $\text{C}_6\text{H}_6/\text{TMS}$ ) del compuesto PBA, determinado a 300 MHz